

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

4

Applicant's or agent's file reference 23580 WO	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP00/08832	International filing date (day/month/year) 09 September 2000 (09.09.00)	Priority date (day/month/year) 10 September 1999 (10.09.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC A61K 47/08		
Applicant SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT MANNHEIM/OCHSENFURT		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>5</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of <u>9</u> sheets.</p>	
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input checked="" type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input checked="" type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 14 February 2001 (14.02.01)	Date of completion of this report 07 November 2001 (07.11.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner
 US Department of Commerce
 United States Patent and Trademark
 Office, PCT
 2011 South Clark Place Room
 CP2/5C24
 Arlington, VA 22202
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE
 in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 28 May 2001 (28.05.01)	
International application No. PCT/EP00/08832	Applicant's or agent's file reference 23580 WO
International filing date (day/month/year) 09 September 2000 (09.09.00)	Priority date (day/month/year) 10 September 1999 (10.09.99)
Applicant BAYERKÖHLER, Theodor et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

14 February 2001 (14.02.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO
 34, chemin des Colombettes
 1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer.

Nestor Santesso

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

REPLACED BY
ART 34 ANN

107070661
JC19 Rec'd PCT/PTO 08 MAR 2002

TRANSLATION OF THE
Annexes (amended sheets) to the Preliminary Examination Report

10-10-10
10-10-10

Improved Compressed Products

Description

The present invention relates to a method of producing an agglomerated, free-flowing product of isomaltulose, isomalt and/or isomalt variants, as well as the compressed products produced by this method.

Compressed products are foods, drugs, or semi-luxury items consisting of compressed ingredients. Compressed products accordingly generally contain a carrier or diluent, binder, lubricant or parting compound as well as the active ingredients plus flavorings, pharmaceutical drugs or sweeteners. Sucrose, lactose, glucose, starch or mannitol is often used as the carrier or diluent.

European Patent 0 028 905 B1 discloses tablets containing isomaltulose and methods of producing the same. This publication discloses an advantageous use of isomaltulose as a diluent for the production of compressed products, because isomaltulose can be pressed directly without the use of a binder and without controlled granulation. According to this publication, crystalline isomaltulose produced directly by enzymatic conversion of sucrose to isomaltulose is used for tableting.

German Patent 196 39 343 C2 discloses compressed products containing isomalt and isomalt variants. These compressed products are produced by simple pressing of the individual ingredients without a special mechanical and/or chemical treatment of the individual ingredients.

European Patent Application 0 625 578 A1 discloses isomalt variants, but they are not compressed products containing these sweeteners.

.

.

.

The compressed products containing isomaltulose, isomalt and isomalt variants known from the related art are all characterized by the required use of comparatively high compression pressures in production of the compressed product, but only a relatively low tablet hardness can be achieved. In addition, the compressed products of the related art could also be improved with regard to their sensory properties; for example, they have a rough texture when bitten into, and their fracture properties are not advantageous; furthermore, the dissolving properties in the mouth should also be improved.

The technical problem on which the present invention is based thus consists of a method of producing compressed products of isomaltulose, isomalt or isomalt variants which overcomes the disadvantages mentioned above, and in particular producing compressed products of a great hardness characterized by improved sensory properties and an improved fracture behavior while using the lowest possible compression pressures.

The present invention solves the basic problem on which it is based by providing a method of producing a compressed product of isomaltulose, isomalt or isomalt variants, whereby in a first process step, the isomaltulose, the isomalt and/or the isomalt variant is milled dry, and at the same time in a second process step or after the first process step, a milled fraction of isomaltulose, the isomalt or the isomalt variants with a particle diameter d_{90} of a maximum of 100 μm (d_{90} = 90% of the particles having the required diameter) is obtained or separated, and in a third process step, the separated ground fraction is agglomerated with the addition of a liquid binder, and then in a fourth process step the agglomerate is pressed to form a compressed product. The invention also solves the technical problem on which it is based by providing a compressed

product and an agglomerate produced according to the present invention.

This invention thus provides for a compressed product to be produced from one or more of the educts isomaltulose, isomalt and/or isomalt variants by milling one or more of the educts while dry, separating and obtaining a fraction either during or after milling, its particle size amounting to a maximum of 100 μm . The setting of the primary particle size distribution according to the present invention is of great importance here. The milling is preferably carried out in an air separation ball mill or a combination of a mill and a downstream air classifier. The resulting fraction is agglomerated with the addition of a liquid binder and can then be pressed directly with the addition of additional components, such as flavorings, pressing aids and other ingredients. By means of the method according to this invention, ready-to-press mixtures can be prepared and can then be pressed to form compressed products that result in an advantageous and considerable reduction in pressing force, and the resulting compressed products at the same time have a very good breaking force with improved sensory properties at the same time. The process according to this invention also makes it possible to use much lower pressing forces than in the related art to obtain sufficiently hard tablets. The directly compressible mixtures have improved flow properties and lower fines. This leads to improved processability and reduced machine wear and increased tableting output.

The agglomerates are generally characterized by good flowability and good self-binding properties, which largely or entirely prevent sticking to the press. In conjunction with the present invention, a compressed product is understood to be a food, a pharmaceutical drug or a semi-luxury item consisting of compressed ingredients. A compressed product in the sense of the

wt% and a 1,1-GPM content of 57 wt% to 99 wt%. The isomalt or isomalt variants mentioned above may of course also contain other substances such as mannitol, sorbitol, hydrogenated or non-hydrogenated oligo-saccharides as well as optionally glucose, fructose and/or sucrose, trehalulose or isomaltose.

This invention thus provides for the educt, namely isomaltulose, isomalt and/or the isomalt variant, to be milling while dry. In a preferred embodiment of this invention, this can take place in an air separation ball mill or a combination of a mill and a downstream air classifier. This invention also proposes of course that the educts used be adjusted to the required particle size by measures other than milling, e.g., by crushing. Additives and auxiliary substances may be added in milling, preferably in an amount of up to 30 wt%, based on the total dry solids.

In a second process step which takes place essentially concurrently or subsequently following milling, this invention provides for the fraction to be separated and for further processing to be performed, where the particles contained in this fraction should have a maximum size of 100 μm , preferably less than 50 μm , especially having a maximum size of 40 μm , preferably 35 μm and especially preferably 30 μm . If after the first process step, i.e., milling, the educt used already has the required particle size d_{90} (d_{90} = 90% of the particles having the required particle diameter), then the separation may be omitted and the resulting powder sent directly to the third process step. The milling and separating may of course take place at the same time, e.g., in an air separation ball mill or a combination of a mill and a downstream air classifier.

In conjunction with the present invention, a maximum particle diameter of 100 μm , 40 μm , 35 μm or 30 μm is understood to indicate that at least 90% of the particles (d_{90}) of the ground

fraction have a maximum diameter of 100 μm , 40 μm , 35 μm or 30 μm .

In a third process step, this invention provides for a liquid binder to be added to the ground fraction that is separated. In an especially preferred embodiment of this invention, this liquid binder is a solution or suspension of isomalt, an isomalt variant, especially an aqueous solution or suspension, a mixture of gelatin and fat, a water-soluble colloid, such as polyvinylpyrrolidone (e.g., Kollidon® from BASF), starch, sugars such as sucrose, dextrose, lactose, natural or synthetic gums such as gum arabic, cellulose, talc, microcrystalline cellulose, polymerized reducing sugars, pectin, preservative, agar, acidifying agents, inulin, alkali carboxymethylcellulose, HSH (hydrogenated starch hydrolysate), polydextrose in partially or completely purified form and/or in partially or completely neutralized form, sodium carboxymethylcellulose, etc. Other binders may of course also be used, preferably physiologically compatible and/or non-cariogenic, reduced-calorie binders. In an advantageous manner, the compressed product according to this invention contains 0.5 wt% to 7 wt% of the binder or a combination of binders, preferably 2 wt% to 3 wt%.

In another preferred embodiment of this invention, the liquid binder, which is preferably in the form of an aqueous solution or aqueous suspension, is added to the ground educt by spraying through a nozzle system.

The agglomerates formed after mixing the educt with the binder may be produced preferably in a fluidized bed agglomerator, especially preferably in a batch-wise process or in a continuous installation. It is preferable according to this invention to establish a fluidized bed at a temperature of 50 °Celsius to 70 °Celsius, especially 60 °Celsius, and on reaching the desired temperature, to spray the binder solution or binder suspension heated to approx. 70 °Celsius to 80 °Celsius, preferably 75

Claims

1. A method of producing a compressed product of isomaltulose, isomalt or isomalt variants, wherein
 - a) the isomaltulose, isomalt and/or the isomalt variant is ground dry,
 - b) at the same time or thereafter, a ground fraction of the isomaltulose, the isomalt or the isomalt variant with a maximum particle diameter of 100 μm is obtained or separated,
 - c) the ground fraction is agglomerated with the addition of a liquid binder, and
 - d) then it is compressed to form a compressed product.
2. The method according to Claim 1, wherein the particle diameter is $\leq 50 \mu\text{m}$.
3. The method according to Claim 1 or 2, wherein the particle diameter is $\leq 30 \mu\text{m}$.
4. The method according to one of the preceding claims, wherein the milling is performed in an air separation ball mill or in a combination of a mill and a downstream air classifier.
5. The method according to one of the preceding claims, wherein additives or auxiliary substances are introduced during milling.
6. The method according to one of the preceding claims, wherein the liquid binder is a solution or suspension of isomalt, an isomalt variant, fat and gelatin or collidone.
7. The method according to one of the preceding claims, wherein the liquid binder is added to the separated ground fraction by spraying.

8. The method according to one of the preceding claims, wherein the liquid binder is added to the separated ground fraction through a nozzle.

9. The method according to one of the preceding claims, wherein agglomeration is performed intermittently in a fluidized-bed agglomerator or in a continuously operated installation.

10. The method according to one of the preceding claims, wherein the liquid binder is added to the separated ground fraction in a form in which it is heated to a temperature above room temperature.

11. The method according to one of the preceding claims, wherein additives and/or flavorings are added to the agglomerate after adding the liquid binder and before pressing.

12. The method according to one of the preceding claims, wherein size fractionation of the agglomerate is performed after adding the liquid binder and before pressing.

13. The method according to one of the preceding claims, wherein the size fractionation of the agglomerate according to Claim 12 is performed in a screening machine.

14. The method according to one of the preceding claims, wherein the agglomerate is dried after agglomeration.

15. A compressed product that can be produced according to one of the preceding claims.

16. An agglomerate that can be produced by process steps a) through c) according to one of Claims 1 through 14.

Translation**PATENT COOPERATION TREATY****PCT****INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 23580 WO	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP00/08832	International filing date (day/month/year) 09 September 2000 (09.09.00)	Priority date (day/month/year) 10 September 1999 (10.09.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC A61K 47/08		
Applicant SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT MANNHEIM/OCHSENFURT		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>5</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of <u>9</u> sheets.</p>	
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input checked="" type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input checked="" type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 14 February 2001 (14.02.01)	Date of completion of this report 07 November 2001 (07.11.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP00/08832

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.):

- ☒ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages 4, 7 - 17, as originally filed,
pages _____, filed with the demand,
pages 1 - 3, 5, 6, filed with the letter of 17 October 2001 (17.10.2001),
pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims, Nos. _____, as originally filed,
Nos. _____, as amended under Article 19,
Nos. _____, filed with the demand,
Nos. 1-17, filed with the letter of 17 October 2001 (17.10.2001),
Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the drawings, sheets/fig 1/3 - 3/3, as originally filed,
sheets/fig _____, filed with the demand,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Inter. application No.

PCT/EP 00/08832

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1. This report makes reference to the following documents:

D1: US-A-5 709 895

D2: WO-A-98/37769

D3: EP-A-0 625 578 (mentioned in the present description).

2. The present application meets the criteria cited in PCT Article 33(2)-(4); the subject matter of Claims 16, 17 and 1 is novel and inventive (PCT Rule 65.1-65.2) in the light of the prior art as defined in the Regulations (PCT Rule 64.1-64.3) and is also industrially applicable.

Although the disclosure of D1, for example, (see the examples; Claim 1, for example) comprises products containing isomalt, for example, and a binding agent (such as starch), according to the known method, as the applicant convincingly argues, no agglomeration and pressure compressing occurs. In addition, the products according to D2 and D3 cannot be regarded as compressed goods by a person skilled in the art owing to the manner in which they are produced.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Inter. application No.

PCT/EP 00/08832

The problem to be solved consisted in producing improved compressed goods and designing the production method such that the processability of the mixtures is improved, machine wear is decreased and comparatively little compression moulding pressure is used. These advantages are clearly attained with the claimed method; in this connection, the applicant particularly points out the essential steps of the dry pulverizing of the cited sweetener, the specific maximum particle diameter of 100 μm as well as the necessary addition of a liquid as binding agent, which leads to an advantageous solution of the problem in that outstanding self-binding properties of the mass to be pressed are attained, which in turn renders adhesion to a press substantially or entirely impossible. The prior art citations as per D1-D3 could not provide a person skilled in the art with indications or suggestions because especially the problems they address are not comparable with the present one and consequently an inventive step is recognized for the present subject matter.

Dependent Claims 2-15 contain novel and inventive features.

There is no doubt as to industrial applicability.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Internati application No.
PCT/EP 00/08832

VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

1. Contrary to PCT Rule 5.1(a)(ii), the description does not cite D1 and D2 or indicate the relevant prior art disclosed therein.



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Internat. application No.
PCT/EP 00/08832

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

1. In the two product Claims 16 and 17, the term "producible" is understood to mean "produced" because only through such a formulation is the required close relationship to the production method clear and there can be *mutatis mutandis* reference to novel and inventive products.

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT



INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)



Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 23580 WO	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/08832	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 09/09/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 10/09/1999
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK A61K47/08		
Anmelder SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT et al.		

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.

☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

 Diese Anlagen umfassen insgesamt 9 Blätter.

- Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:
 - ☒ Grundlage des Berichts
 - ☐ Priorität
 - ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
 - ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
 - ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
 - ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
 - ☒ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
 - ☒ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 14/02/2001	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 07.11.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Rauter, A Tel. Nr. +49 89 2399 8645 

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):
Beschreibung, Seiten:

4,7-17	ursprüngliche Fassung			
1-3,5,6	eingegangen am	18/10/2001	mit Schreiben vom	17/10/2001

Patentansprüche, Nr.:

1-17	eingegangen am	18/10/2001	mit Schreiben vom	17/10/2001
------	----------------	------------	-------------------	------------

Zeichnungen, Blätter:

1/3-3/3	ursprüngliche Fassung
---------	-----------------------

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung, Seiten:
- ☐ Ansprüche, Nr.:
- ☐ Zeichnungen, Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen
siehe Beiblatt

VII. Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist:
siehe Beiblatt

VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:
siehe Beiblatt

PUNKT V.

1. Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1: US-A-5 709 895

D2: WO-A-9 837769

D3: EP-A-0 625 578 (in der vorliegenden Beschreibung genannt)

2. Die vorliegende Anmeldung erfüllt die in Artikel 33(2)-(4)PCT genannten Kriterien; der Gegenstand der Ansprüche 16, 17 und 1 ist im Hinblick auf den in der Ausführungsverordnung umschriebenen Stand der Technik (Regel 64.1 - 64.3 PCT) neu und erfinderisch (Regel 65.1 - 65.2 PCT), er ist auch gewerblich anwendbar.

Die Offenbarung von eg Dokument D1 (siehe eg die Beispiele; Anspruch 1) umfaßt zwar Produkte enthaltend eg Isomalt und ein Bindemittel (wie Stärke); nach den bekannten Verfahren wird jedoch, wie die Anmelderin überzeugend argumentiert, nicht agglomeriert und unter Druck komprimiert. Auch die Produkte nach D2 und D3 können auf Grund der Herstellungsweise vom Fachmann nicht als Komprimat angesehen werden.

Die zu lösende Aufgabe bestand darin, verbesserte Komprimat herzustellen bzw. die Herstellungsweise so zu gestalten, daß die Verarbeitbarkeit der Mischungen verbessert, ein geringerer Maschinenverschleiß und vergleichsweise geringe Pressdrücke eingesetzt werden können. Diese Vorteile werden offensichtlich durch das beanspruchte Verfahren erreicht; die Anmelderin weist in diesem Zusammenhang insbesondere auf die wesentlichen Schritte des trockenen Vermahlens der genannten Süßungsmittel, den spezifischen Partikeldurchmesser von maximal 100µm sowie den notwendigen Zusatz eines flüssigen Bindemittels hin, was zu einer vorteilhaften Lösung der Aufgabe führt indem hervorragende selbstbindende Eigenschaften der zu verpressenden Masse erzielt werden, was wiederum ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich macht. Der zitierte Stand der Technik nach D1 - D3 konnte hierzu dem Fachmann keine Hinweise oder Anregungen geben, denn insbesondere deren Aufgabenstellungen sind mit vorliegender nicht vergleichbar, so daß für vorliegenden Gegenstand eine

erfinderische Tätigkeit anzuerkennen ist.

Die abhängigen Ansprüche 2 - 15 enthalten die neuen und erfinderischen Merkmale.

Hinsichtlich gewerblicher Anwendbarkeit bestehen keine Zweifel.

PUNKT VII.

1. Im Widerspruch zu den Erfordernissen der Regel 5.1 a) ii) PCT werden in der Beschreibung weder der in den Dokumenten D1 und D2 offenbarte einschlägige Stand der Technik noch diese Dokumente angegeben.

ABSCHNITT VIII.

1. In den beiden Produktansprüchen 16 und 17 wird der Ausdruck "herstellbar" im Sinne von "hergestellt" verstanden; denn nur durch eine solche Formulierung wird der erforderliche enge Zusammenhang mit dem Herstellungsverfahren deutlich und es kann mutatis mutandis von neuen und erfinderischen Produkten gesprochen werden.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP00/08832

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of *(Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.)*:

- ☒ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages 4,7 - 17, as originally filed,
 pages _____, filed with the demand,
 pages 1 - 3, 5, 6,, filed with the letter of 17 October 2001 (17.10.2001),
 pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims, Nos. _____, as originally filed,
 Nos. _____, as amended under Article 19,
 Nos. _____, filed with the demand,
 Nos. 1-17, filed with the letter of 17 October 2001 (17.10.2001),
 Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the drawings, sheets/fig 1/3 - 3/3, as originally filed,
 sheets/fig _____, filed with the demand,
 sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
 sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement**1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1. This report makes reference to the following documents:

D1: US-A-5 709 895

D2: WO-A-98/37769

D3: EP-A-0 625 578 (mentioned in the present description).

2. The present application meets the criteria cited in PCT Article 33(2)-(4); the subject matter of Claims 16, 17 and 1 is novel and inventive (PCT Rule 65.1-65.2) in the light of the prior art as defined in the Regulations (PCT Rule 64.1-64.3) and is also industrially applicable.

Although the disclosure of D1, for example, (see the examples; Claim 1, for example) comprises products containing isomalt, for example, and a binding agent (such as starch), according to the known method, as the applicant convincingly argues, no agglomeration and pressure compressing occurs. In addition, the products according to D2 and D3 cannot be regarded as compressed goods by a person skilled in the art owing to the manner in which they are produced.

The problem to be solved consisted in producing improved compressed goods and designing the production method such that the processability of the mixtures is improved, machine wear is decreased and comparatively little compression moulding pressure is used. These advantages are clearly attained with the claimed method; in this connection, the applicant particularly points out the essential steps of the dry pulverizing of the cited sweetener, the specific maximum particle diameter of 100 μm as well as the necessary addition of a liquid as binding agent, which leads to an advantageous solution of the problem in that outstanding self-binding properties of the mass to be pressed are attained, which in turn renders adhesion to a press substantially or entirely impossible. The prior art citations as per D1-D3 could not provide a person skilled in the art with indications or suggestions because especially the problems they address are not comparable with the present one and consequently an inventive step is recognized for the present subject matter.

Dependent Claims 2-15 contain novel and inventive features.

There is no doubt as to industrial applicability.

VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

1. Contrary to PCT Rule 5.1(a)(ii), the description does not cite D1 and D2 or indicate the relevant prior art disclosed therein.

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

1. In the two product Claims 16 and 17, the term "producible" is understood to mean "produced" because only through such a formulation is the required close relationship to the production method clear and there can be *mutatis mutandis* reference to novel and inventive products.

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 12 NOV 2001

T8



Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 23580 WO	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/08832	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 09/09/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 10/09/1999
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK A61K47/08		
Anmelder SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT et al.		

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
 - ☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 9 Blätter.

- Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☒ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☒ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 14/02/2001	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 07.11.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Rauter, A Tel. Nr. +49 89 2399 8645 

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):
Beschreibung, Seiten:

4,7-17 ursprüngliche Fassung

1-3,5,6 eingegangen am 18/10/2001 mit Schreiben vom 17/10/2001

Patentansprüche, Nr.:

1-17 eingegangen am 18/10/2001 mit Schreiben vom 17/10/2001

Zeichnungen, Blätter:

1/3-3/3 ursprüngliche Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- | | |
|--|---------|
| <input type="checkbox"/> Beschreibung, | Seiten: |
| <input type="checkbox"/> Ansprüche, | Nr.: |
| <input type="checkbox"/> Zeichnungen, | Blatt: |

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1 - 17
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen
siehe Beiblatt

VII. Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist:
siehe Beiblatt

VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:
siehe Beiblatt

PUNKT V.

1. Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1: US-A-5 709 895

D2: WO-A-9 837769

D3: EP-A-0 625 578 (in der vorliegenden Beschreibung genannt)

2. Die vorliegende Anmeldung erfüllt die in Artikel 33(2)-(4)PCT genannten Kriterien; der Gegenstand der Ansprüche 16, 17 und 1 ist im Hinblick auf den in der Ausführungsverordnung umschriebenen Stand der Technik (Regel 64.1 - 64.3 PCT) neu und erfinderisch (Regel 65.1 - 65. 2 PCT), er ist auch gewerblich anwendbar.

Die Offenbarung von eg Dokument D1 (siehe eg die Beispiele; Anspruch 1) umfaßt zwar Produkte enthaltend eg Isomalt und ein Bindemittel (wie Stärke); nach den bekannten Verfahren wird jedoch, wie die Anmelderin überzeugend argumentiert, nicht agglomert und unter Druck komprimiert. Auch die Produkte nach D2 und D3 können auf Grund der Herstellungsweise vom Fachmann nicht als Komprimat angesehen werden.

Die zu lösende Aufgabe bestand darin, verbesserte Komprimat herzustellen bzw. die Herstellungsweise so zu gestalten, daß die Verarbeitbarkeit der Mischungen verbessert, ein geringerer Maschinenverschleiß und vergleichsweise geringe Pressdrücke eingesetzt werden können. Diese Vorteile werden offensichtlich durch das beanspruchte Verfahren erreicht; die Anmelderin weist in diesem Zusammenhang insbesondere auf die wesentlichen Schritte des trockenen Vermahlens der genannten Süßungsmittel, den spezifischen Partikeldurchmesser von maximal 100µm sowie den notwendigen Zusatz eines flüssigen Bindemittels hin, was zu einer vorteilhaften Lösung der Aufgabe führt indem hervorragende selbstbindende Eigenschaften der zu verpressenden Masse erzielt werden, was wiederum ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich macht. Der zitierte Stand der Technik nach D1 - D3 konnte hierzu dem Fachmann keine Hinweise oder Anregungen geben, denn insbesondere deren Aufgabenstellungen sind mit vorliegender nicht vergleichbar, so daß für vorliegenden Gegenstand eine

erfinderische Tätigkeit anzuerkennen ist.

Die abhängigen Ansprüche 2 - 15 enthalten die neuen und erfinderischen Merkmale.

Hinsichtlich gewerblicher Anwendbarkeit bestehen keine Zweifel.

PUNKT VII.

1. Im Widerspruch zu den Erfordernissen der Regel 5.1 a) ii) PCT werden in der Beschreibung weder der in den Dokumenten D1 und D2 offenbarte einschlägige Stand der Technik noch diese Dokumente angegeben.

ABSCHNITT VIII.

1. In den beiden Produktansprüchen 16 und 17 wird der Ausdruck "herstellbar" im Sinne von "hergestellt" verstanden; denn nur durch eine solche Formulierung wird der erforderliche enge Zusammenhang mit dem Herstellungsverfahren deutlich und es kann mutatis mutandis von neuen und erfinderischen Produkten gesprochen werden.

Gleiss & Groß

Patentanwälte Rechtsanwälte
München Stuttgart

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt und 1,6-GPS- und 1,1-GPM- haltigen Gemischen, die sich durch von Isomalt abweichenden Mengeverhältnissen von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole enthalten, sowie die mittels dieses Verfahrens hergestellten Komprimata.

Komprimata sind aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehende Genuß-, Arznei- oder auch Nahrungsmittel. Komprimata enthalten dementsprechend im allgemeinen ein Träger- oder Verdünnungsmittel, Bindemittel, Trenn- oder Gleitmittel sowie die aktiven Wirkstoffe, wie Geschmacksstoffe, Arzneistoffe oder Süßungsmittel. Als Träger- beziehungsweise Verdünnungsmittel wird häufig Saccharose, Lactose, Glucose, Stärke oder Mannit verwendet.

Die EP-B1 0 028 905 offenbart Isomaltulose enthaltende Tabletten und Verfahren zu deren Herstellung. Die Druckschrift offenbart eine vorteilhafte Verwendung von Isomaltulose als Verdünnungsmittel für die Komprimatherstellung, da Isomaltulose direkt ohne Bindemittel und ohne kontrollierte Granulierung verpreßt werden könne. Gemäß dieser Druckschrift wird direkt aus der enzymatischen Umwandlung von Saccharose zu Isomaltulose hergestellte kristallisierte Isomaltulose für die Tablettierung verwendet.

Die DE 196 39 343 C2 offenbart Isomalt und Isomalt-Varianten enthaltende Komprimat. Die Herstellung der Komprimat erfolgte durch einfaches Verpressen der Einzelkomponenten ohne eine spezielle mechanische und/oder chemische Behandlung der Einzelkomponenten vorzusehen.

Aus der EP-A1 0 625 578 gehen Isomalt-Varianten hervor, jedoch keine Komprimat, die diese Süßungsmittel enthalten.

Die im Stand der Technik bekannten Isomaltulose-, Isomalt- und Isomalt-Varianten-haltigen Komprimat zeichnen sich allesamt durch die Notwendigkeit aus, vergleichsweise hohe Preßdrücke bei der Komprimat-Herstellung einzusetzen, wobei vergleichsweise nur geringe Tablettenhärten erzielt werden können. Zudem sind die Komprimat des Standes der Technik hinsichtlich ihrer sensorischen Eigenschaften verbesserungsfähig, zeigen zum Beispiel Rauigkeit beim Zerbeißen sowie nachteiliges Bruchverhalten und ein verbesserungsfähiges Ablutschverhalten.

Das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht also darin, ein Verfahren zur Herstellung von Komprimaten aus Isomaltulose, Isomalt oder 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemischen, die sich durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole enthalten, bereitzustellen, welches die vorgenannten Nachteile beseitigt, insbesondere unter Verwendung möglichst niedriger Preßdrücke Komprimat großer Härte herzustellen, die sich durch verbesserte sensorische Eigenschaften und ein verbessertes Bruchverhalten auszeichnen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemischen, die sich durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole enthalten, wobei in einem ersten Verfahrensschritt die Isomaltulose, das Isomalt und/oder das 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemisch trocken gemahlen, in einem zweiten Verfahrensschritt gleichzeitig oder nach dem ersten Verfahrensschritt eine gemahlene Fraktion Isomaltulose, Isomalt oder das 1,6-GPS und 1,1-GPM-haltige Gemisch mit einem Partikeldurchmesser d_{90} von maximal 100 μm (d_{90} = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) erhalten oder abgetrennt, in einem dritten Verfahrensschritt die abgetrennte gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und anschließend in einem vierten Verfahrensschritt das Agglomerat zu einem Komprimat verpreßt wird. Die Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch die Bereitstellung eines gemäß des vorliegenden Verfahrens hergestellten Komprimates und Agglomerats.

Die Erfindung sieht also vor, daß aus einem oder mehreren der Edukte Isomaltulose, Isomalt oder 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische, die sich durch von Isomalt abweichende Mengeverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole enthalten, ein Komprimat hergestellt wird, indem eines oder mehrerer der Edukte trocken gemahlen wird, wobei entweder nach oder während des Mahlens eine Fraktion abgetrennt und gewonnen wird, deren Partikelgröße maximal 100 μm beträgt. Die erfindungsgemäße Einstellung der Primärkornverteilung erweist sich dabei als von großer Bedeutung. Das Vermahlen wird vorzugsweise in einer Sichtertermühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter durchgeführt. Die erhal-

Foods, Süßungsmittel und/oder Arzneistoffe enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Isomalt ein auch unter dem Namen Palatinit® bekanntes nahezu äquimolares Gemisch der beiden Stereoisomere 6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) verstanden. 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische, die sich beispielsweise durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole wie 1,1-GPS (1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit) enthalten, und die auch als Isomalt-Varianten bezeichnet werden, gehen beispielsweise aus der EP-A1 0 625 578 hervor, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Zuckeralkoholgemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. Solche Gemische können daher beispielsweise Gemische aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder Gemische aus 5 bis 10 Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM darstellen. Gemäß des Vorstehenden können solche Gemische auch 1,6-GPS- oder 1,1-GPM-angereicherte Gemische darstellen, also Gemische, wie sie in der DE 195 32 396 C2 beschrieben sind, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der dort beschriebenen Gemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. 1,6-GPS-angereicherte Gemische zeichnen sich

durch einen 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 43 bis 1 Gew.-% aus, während sich 1,1-GPM-haltige Gemische durch einen 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% auszeichnen. Selbstverständlich können die vorgenannten 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemische oder das Isomalt weitere Stoffe wie Mannit, Sorbit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide sowie gegebenenfalls Glucose, Fructose und/oder Saccharose, Trehalulose oder Isomaltose enthalten.

Die Erfindung sieht also vor, daß nach einem ersten Verfahrensschritt das Edukt, nämlich Isomaltulose, Isomalt oder/und die 1,6-GPS und 1,1-GPM-haltigen Gemische trocken gemahlen wird. Dies kann in bevorzugter Ausführungsform der Erfindung in einer Sichtertermühle beziehungsweise Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter geschehen. Selbstverständlich sieht die Erfindung auch vor, die eingesetzten Edukte auf die erforderliche Partikelgröße mittels anderer Maßnahmen als Vermahlen zu bringen, beispielsweise durch Zerstampfen. Beim Vermahlen können bereits Hilfs- und Zusatzstoffe hinzugegeben werden, bevorzugt in einer Menge bis zu 30 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz).

Die Erfindung sieht in einem im wesentlichen gleichzeitig oder anschließend an das Vermahlen stattfindenden zweiten Verfahrensschritt vor, eine Fraktion abzutrennen und der Weiterverwendung durchzuführen, wobei die darin enthaltenen Partikel eine Maximalgröße von 100 µm, bevorzugt kleiner als 50 µm, insbesondere eine Maximalgröße von 40 µm,

Gl iss & Große

Patentanwälte Rechtsanwälte
München Stuttgart

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemischen, die sich durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole enthalten, wobei

- a) die Isomaltulose, das Isomalt und/oder das 1,6-GPS- und 1,1 -GPM-haltige Gemisch trocken gemahlen,
- b) gleichzeitig oder danach eine gemahlene Fraktion der Isomaltulose, des Isomalts oder des 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemisches mit einem Partikeldurchmesser von maximal 100 µm erhalten oder abgetrennt,
- c) die gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und
- d) anschließend zu einem Komprimat verpresst wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemisch ein Gemisch aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder ein Gemisch aus 5 bis 10

Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM oder ein 1,6-GPS angereichertes Gemisch mit einem 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einem 1,1-GPM -Anteil von 43 bis 1 Gew.-% oder ein 1,1-GPM angereichertes Gemisch mit einem 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einem 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Partikeldurchmesser $\leq 50 \mu\text{m}$ beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, wobei der Partikeldurchmesser $\leq 30 \mu\text{m}$ beträgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Vermahlung in einer Sichter- oder in einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb erfolgt.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei beim Vermahlen Hilfs- oder Zusatzstoffe eingebracht werden.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel eine Lösung oder Suspension von Isomalt, eines 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltigen Gemisches, das sich durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnet, Fett und Gelatine oder Kollidon ist.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel mittels Sprühen der abgetrennten gemahlten Fraktion zugeführt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel über eine Düse der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Agglomeration in einem Wirbelschichtagglomerator satzweise oder in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage durchgeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel in über Raumtemperatur liegender erhitzter Form der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei dem Agglomerat nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen Hilfsstoffe und/oder Aromen hinzugefügt werden.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen eine Größenfraktionierung des Agglomerats durchgeführt wird.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Größenfraktionierung des Agglomerats nach Anspruch 13 in einer Siebmaschine durchgeführt wird.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei im Anschluß an die Agglomeration das Agglomerat getrocknet wird.

16. Komprimat, herstellbar nach einem der vorhergehenden Ansprüche.

17. Agglomerat, herstellbar nach den Verfahrensschritten a) bis c) nach einem der Ansprüche 1 bis 15.

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
22. März 2001 (22.03.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/19401 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: A61K 47/08,
47/26

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/08832

(22) Internationales Anmeldedatum:
9. September 2000 (09.09.2000)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 43 491.3 10. September 1999 (10.09.1999) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT
MANNHEIM/OCHSENFURT [DE/DE]; Maximilian-
strasse 10, 68165 Mannheim (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BAYERKÖHLER,
Theodor [DE/DE]; Schopenhauerstrasse 4, 68165
Mannheim (DE). DÖRR, Tillmann [DE/DE]; Kirch-
strasse 3, 67591 Hohen-Stülzen (DE). KOWALCZYK,

Jörg [DE/DE]; Frankenstrasse 4, 67248 Bockenheim
(DE). KUNZ, Markwart [DE/DE]; Kernerstrasse 8,
67550 Worms (DE). RIFFEL, Peter [DE/DE]; Schu-
mannstrasse 16, 55130 Mainz (DE).

(74) Anwälte: SCHRELL, Andreas usw.; Maybachstrasse
6A, 70469 Stuttgart (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AU, BR, CA, IL, JP,
MX, NZ, RU, US.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE).

Veröffentlicht:

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist: Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen.

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING A TABLET MADE OF ISOMALTULOSE, ISOMALT OR ISOMALT VARIANTS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KOMPRIMATES AUS ISOMALTULOSE, ISOMALT ODER
ISOMALT-VARIANTEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing an improved tablet whereby said constituents are agglomerated. The
invention also relates to a tablet produced according to the above method.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines verbesserten Komprimates, wobei
eine Agglomeration der beteiligten Komponenten herbeigeführt wird. Die Erfindung betrifft auch ein mittels dieses Verfahrens her-
gestelltes Komprimat.

WO 01/19401 A1

Verbesserte Komprimate

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt und Isomalt-Varianten sowie die mittels dieses Verfahrens hergestellten Komprimate.

Komprimate sind aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehende Genuß-, Arznei- oder auch Nahrungsmittel. Komprimate enthalten dementsprechend im allgemeinen ein Träger- oder Verdünnungsmittel, Bindemittel, Trenn- oder Gleitmittel sowie die aktiven Wirkstoffe, wie Geschmacksstoffe, Arzneistoffe oder Süßungsmittel. Als Träger- beziehungsweise Verdünnungsmittel wird häufig Saccharose, Lactose, Glucose, Stärke oder Mannit verwendet.

Die EP-B1 0 028 905 offenbart Isomaltulose enthaltende Tabletten und Verfahren zu deren Herstellung. Die Druckschrift offenbart eine vorteilhafte Verwendung von Isomaltulose als Verdünnungsmittel für die Komprimatherstellung, da Isomaltulose direkt ohne Bindemittel und ohne kontrollierte Granulierung verpreßt werden könne. Gemäß dieser Druckschrift wird direkt aus der enzymatischen Umwandlung von Saccharose zu Isomaltulose hergestellte kristallisierte Isomaltulose für die Tablettierung verwendet.

Die DE 196 39 343 C2 offenbart Isomalt und Isomalt-Varianten enthaltende Komprimat. Die Herstellung der Komprimat erfolgte durch einfaches Verpressen der Einzelkomponenten ohne eine spezielle mechanische und/oder chemische Behandlung der Einzelkomponenten vorzusehen.

Aus der EP-A1 0 625 578 gehen Isomalt-Varianten hervor, jedoch keine Komprimat, die diese Süßungsmittel enthalten.

Die im Stand der Technik bekannten Isomaltulose-, Isomalt- und Isomalt-Varianten-haltigen Komprimat zeichnen sich allesamt durch die Notwendigkeit aus, vergleichsweise hohe Preßdrücke bei der Komprimat-Herstellung einzusetzen, wobei vergleichsweise nur geringe Tablettenhärten erzielt werden können. Zudem sind die Komprimat des Standes der Technik hinsichtlich ihrer sensorischen Eigenschaften verbesserungsfähig, zeigen zum Beispiel Rauigkeit beim Zerbeißen sowie nachteiliges Bruchverhalten und ein verbesserungsfähiges Ablutschverhalten.

Das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht also darin, ein Verfahren zur Herstellung von Komprimaten aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten bereitzustellen, welches die vorgenannten Nachteile beseitigt, insbesondere unter Verwendung möglichst niedriger Preßdrücke Komprimat großer Härte herzustellen, die sich durch verbesserte sensorische Eigenschaften und ein verbessertes Bruchverhalten auszeichnen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei in einem ersten Verfahrensschritt die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen, in einem zweiten Verfahrensschritt gleichzeitig oder nach dem ersten Verfahrensschritt eine gemahlene Fraktion Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten mit einem Partikeldurchmesser d_{90} von maximal 100 μm (d_{90} = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) erhalten oder abgetrennt, in einem dritten Verfahrensschritt die abgetrennte gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und anschließend in einem vierten Verfahrensschritt das Agglomerat zu einem Komprimat verpreßt wird. Die Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch die Bereitstellung eines gemäß des vorliegenden Verfahrens hergestellten Komprimates und Agglomerats.

Die Erfindung sieht also vor, daß aus einem oder mehreren der Edukte Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Variante ein Komprimat hergestellt wird, indem eines oder mehrerer der Edukte trocken gemahlen wird, wobei entweder nach oder während des Mahlens eine Fraktion abgetrennt und gewonnen wird, deren Partikelgröße maximal 100 μm beträgt. Die erfindungsgemäße Einstellung der Primärkornverteilung erweist sich dabei als von großer Bedeutung. Das Vermahlen wird vorzugsweise in einer Sichter-mühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb durchgeföhrt. Die erhal-

tene Fraktion wird unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und kann anschließend nach Zugabe weiterer Komponenten, wie zum Beispiel Aromen, Preßhilfsmittel, und andere, direkt verpreßt werden. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens können preßfertige Mischungen hergestellt werden, die sich zu Komprimaten verarbeiten lassen, die zu einer vorteilhaften erheblichen Reduktion der Preßkraft führen und die daraus resultierenden Komprimata gleichzeitig eine sehr gute Bruchkraft bei gleichzeitig verbesserten sensorischen Eigenschaften aufweisen. Die erfindungsgemäße Verfahrensweise ermöglicht es also, deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik zu verwenden, um ausreichend harte Tabletten zu erhalten. Die direkt verpreßbaren Mischungen zeigen eine verbesserte Fließfähigkeit und einen geringeren Staubanteil. Dieses führt zu einer besseren Verarbeitbarkeit und einer Verringerung des Maschinenverschleißes sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung.

Die Agglomerate zeichnen sich im allgemeinen durch eine gute Fließfähigkeit und gute selbstbindende Eigenschaften aus, die ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich machen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Komprimat ein aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehendes Genuß-, Arznei- oder Nahrungsmittel verstanden. Ein Komprimat im Sinne der vorliegenden Erfindung ist zum Beispiel eine Tablette. Komprimata können Hilfs- und Zusatzstoffe, wie Schmiermittel, Binder, Verdünnungsmittel sowie Aromastoffe, Geschmacksstoffe, Trennmittel, Farbstoffe, Säuerungsmittel, Vitamine, Functional

Foods, Süßungsmittel und/oder Arzneistoffe enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Isomalt ein auch unter dem Namen Palatinit® bekanntes nahezu äquimolares Gemisch der beiden Stereoisomere 6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) verstanden. Unter dem Begriff Isomalt-Varianten werden 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische verstanden, die sich beispielsweise durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole wie 1,1-GPS (1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit) enthalten. Derartige Gemische gehen beispielsweise aus der EP-A1 0 625 578 hervor, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Zuckeralkoholgemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. Isomalt-Varianten können daher beispielsweise Gemische aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder Gemische aus 5 bis 10 Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM darstellen. Gemäß des Vorstehenden können Isomalt-Varianten auch 1,6-GPS- oder 1,1-GPM-angereicherte Gemische darstellen, also Gemische, wie sie in der DE 195 32 396 C2 beschrieben sind, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der dort beschriebenen Gemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. 1,6-GPS angereicherte Gemische zeichnen sich

durch einen 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 43 bis 1 Gew.-% aus, während sich 1,1-GPM-haltige Gemische durch einen 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% auszeichnen. Selbstverständlich können die vorgenannten Isomalt-Varianten oder das Isomalt weitere Stoffe wie Mannit, Sorbit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide sowie gegebenenfalls Glucose, Fructose und/oder Saccharose, Trehalulose oder Isomaltose enthalten.

Die Erfindung sieht also vor, daß nach einem ersten Verfahrensschritt das Edukt, nämlich Isomaltulose, Isomalt oder/und die Isomalt-Variante trocken gemahlen wird. Dies kann in bevorzugter Ausführungsform der Erfindung in einer Sichtertermühle beziehungsweise Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter geschehen. Selbstverständlich sieht die Erfindung auch vor, die eingesetzten Edukte auf die erforderliche Partikelgröße mittels anderer Maßnahmen als Vermahlen zu bringen, beispielsweise durch Zerstampfen. Beim Vermahlen können bereits Hilfs- und Zusatzstoffe hinzugegeben werden, bevorzugt in einer Menge bis zu 30 Gew.-% (bezogen auf Gesamt-trockensubstanz).

Die Erfindung sieht in einem im wesentlichen gleichzeitig oder anschließend an das Vermahlen stattfindenden zweiten Verfahrensschritt vor, eine Fraktion abzutrennen und der Weiterverwendung durchzuführen, wobei die darin enthaltenen Partikel eine Maximalgröße von 100 µm, bevorzugt kleiner als 50 µm, insbesondere eine Maximalgröße von 40 µm,

bevorzugt 35 μm und besonders bevorzugt 30 μm aufweisen. Sofern nach dem ersten Verfahrensschritt, also dem Vermahlen, das eingesetzte Edukt bereits vollständig die erforderliche Partikelgröße d_{90} (d_{90} = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) aufweist, kann auf die Abtrennung verzichtet und die erhaltene Pulver direkt dem dritten Verfahrensschritt zugeführt werden. Das Vermahlen und Abtrennen kann selbstverständlich gleichzeitig, zum Beispiel in einer Sichtertermühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb, erfolgen.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Partikeldurchmesser von maximal 100 μm , 40 μm , 35 μm oder 30 μm verstanden, daß mindestens 90 % der Partikel (d_{90}) der gemahlenen Fraktion einen Durchmesser von maximal 100 μm , 40 μm , 35 μm oder 30 μm aufweisen.

In einem dritten Verfahrensschritt wird erfindungsgemäß vorgesehen, der abgetrennten gemahlenen Fraktion ein flüssiges Bindemittel zuzusetzen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist dieses flüssige Bindemittel eine, insbesondere wässrige, Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, ein Gemisch aus Gelatine und Fett, ein wasserlösliches Kolloid, wie Polyvinylpyrrolidon (zum Beispiel Kollidon® der Firma BASF), Stärke, Zucker wie Saccharose, Dextrose, Lactose, natürliche oder synthetische Gummis wie Gummi arabicum, Cellulose, Talkum, mikrokristalline Cellulose, polymerisierte reduzierende Zucker, Pektin, Konservierungsmittel, Agar Agar, Säuerungsmittel,

tel, Inulin, Alkalicarboxymethylcellulose, HSH (hydrierte Stärkehydrolysate), Polydextrose in teilweise oder vollständig gereinigter und/oder in teilweise oder vollständig neutralisierter Form, Natriumcarboxymethylcellulose etc. Selbstverständlich sind auch andere Bindemittel einsetzbar, wobei es bevorzugt ist, physiologisch verträgliche und/oder nicht kariogene, brennwertreduzierte Bindemittel einzusetzen. In vorteilhafter Weise enthält das erfindungsgemäße Komprimat 0,5 bis 7 Gew.-% des Bindemittels beziehungsweise eine Kombination von Bindemitteln, vorzugsweise 2 bis 3 Gew.-%.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß das flüssige, also bevorzugt in Form einer wässrigen Lösung oder wässrigen Suspension vorliegende Bindemittel dem vermahlenden Edukt durch Sprühen über ein Düsensystem zugeführt wird.

Die Herstellung der sich nach dem Mischen des Edukts mit dem Bindemittel bildenden Agglomerate kann vorzugsweise in einem Wirbelschichtagglomerator, besonders bevorzugt in batchweiser Verfahrensdurchführung beziehungsweise in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage, durchgeführt werden. Dabei ist es erfindungsgemäß bevorzugt, ein Wirbelbett bei einer Temperatur von 50° bis 70°C, insbesondere 60°C aufzubauen und bei Erreichen der gewünschten Temperatur auf circa 70° bis 80°C, vorzugsweise 75°C, also über Raumtemperatur erhitzte Bindemittel-Lösung oder Bindemittel-Suspension in das Wirbelbett einzusprühen. Die Temperatur des Bindemit-

tels ist je nach eingesetztem Bindemittel so zu wählen, daß das Bindemittel sprühfähig ist, das heißt, daß die Temperatur bei oder über dem Schmelzpunkt des Bindemittels liegt. Im Anschluß an die Agglomeration kann in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung vorgesehen sein, eine Trocknung durchzuführen, die in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform bei konstanter Zulufttemperatur, zum Beispiel von 70° bis 90°C, besonders bevorzugt 80°C, durchgeführt wird. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann vorgesehen sein, die Trocknung bis zu einer Ablufttemperatur von 50° bis 70°C, vorzugsweise 60°C, durchzuführen, wobei die Produktabkühlung vorzugsweise mit Außenluft geschieht.

Die Erfindung betrifft selbstverständlich auch die wie vorstehend hergestellten Agglomerate selbst.

Die Erfindung sieht in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der vorliegenden Lehre vor, nach der Zugabe des Bindemittels und dem Agglomerieren, aber vor dem Verpressen des Agglomerats, eine Größenfraktionierung, insbesondere eine Abtrennung von Überkorn und Stäuben, der agglomerierten Produkte durchzuführen. Dabei kann vorzugsweise eine Siebmachine mit einer Siebbelegung von beispielsweise 0,8 mm bis 0,1 mm vorgesehen sein.

In einem vierten Verfahrensschritt ist erfindungsgemäß vorgesehen, das agglomerierte und gegebenenfalls nach der Agglomeration fraktionierte Produkt direkt zu verpressen. Dabei kann vorgesehen sein, den Agglomeraten Hilfs- oder Zusatzstoffe, wie

Trenn- oder Gleitmittel, Wirkstoffe etc., hinzuzufügen. Derartige Stoffe können Süßstoffe, Aromen, Geschmacks- und Farbstoffe, lebensmittelverträgliche Säuren, Sprengmittel, Monosaccharide, Disaccharide, Monosaccharidalkohole, Disaccharidalkohole, Stärke, Stärkederivate, Pektin, Polyvinylpyrrolidon, Cellulose, Cellulosederivate, Stearinsäure oder deren Salze oder Inulin, Oligofructose beziehungsweise andere Produkte, zum Beispiel Functional Foods, die entsprechend ausgelobt werden können, sein. Den Agglomeraten können auch Sorbit, Mannit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide, Erythrit, Xylit oder Zucker, wie Saccharose, Glucose, Lactose, Fructose oder Xylose, zugefügt werden. In vorteilhafter Weise liegt der Anteil dieser Stoffe, bezogen auf das Gesamttrockengewicht, bei einer Menge von gleich oder weniger als 30 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 25, 20, 15, 10 oder 5 Gew.-%. Die genannten Hilfs- und Zusatzstoffe können selbstverständlich den Edukten auch schon beim Vermahlen zugefügt werden. Die vorstehend genannten Komponenten wie Hilfs- oder Zusatzstoffe, zum Beispiel Erythrit, können also in einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zusammen mit der Isomaltulose, dem Isomalt und/oder der Isomalt-Variante zusammen trocken gemahlen werden und anschließend erfindungsgemäß weiter behandelt werden. In einer anderen Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung können die vorgenannten Zusatz- oder Hilfsstoffe, wie Erythrit, in einem Lösungsmittel, zum Beispiel Wasser, gelöst und während des Agglomerierens der gemahlene Isomaltulose, des Isomalts und/oder der Isomalt-Variante in diese gemahlene Fraktion gesprüht werden, so daß das Einbringen der gelösten Zusatz- oder Hilfsstoffe während des Ag-

glomerationsprozesses geschieht. Schließlich kann in einer dritten Ausgestaltung der Erfindung vorgesehen sein, die genannten Zusatz- oder Hilfsstoffe zusammen mit der agglomerierten Fraktion zu mischen und zu einem Komprimat zu verpressen.

In besonders vorteilhafter Ausführungsform sind die erfindungsgemäß hergestellten Komprimatate zuckerfrei. Die Komprimatate oder Agglomerate können auch in einer Ausführungsform Xylit-frei sein. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die erfindungsgemäßen Komprimatate brennwertreduziert, Diabetiker-geeignet, Blutfett-reduzierend, bifidogen und/oder zahnfreundlich.

Den Agglomeraten oder Edukten können ferner Intensiv-Süßstoffe, wie Dipeptid-Süßstoffe, Saccharin, Acesulfam-K, Aspartam, Cyclamat, Glycyrrhizin, Tauramin, Saccharin, Stevioside, Neohesperidin-Dihydrochalkon und/oder Sucralose zugefügt werden.

In vorteilhafter Weise enthalten die erfindungsgemäßen Komprimatate zudem Geschmacks- oder Aromastoffe, wie Citronen- oder Pfefferminz-Aroma. Die erfindungsgemäßen Komprimatate können auch lebensmittelverträgliche Säuren, wie Ascorbinsäure oder Citronensäure, sowie als Gleitmittel Fettsäuren oder deren Salze, wie Magnesiumstearat oder Natriumstearat, enthalten. Schließlich kann vorgesehen sein, daß in den erfindungsgemäßen Komprimaten Farbstoffe und/oder Sprengmittel, wie Bicarbonat oder Carboxymethylcellulose, enthalten sind.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist vorgesehen, Komprimatate bereitzustellen, die pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum bringen und dort freisetzen können. Im Zusam-

menhang mit der vorliegenden Erfindung sind unter pharmazeutisch aktiven Wirkstoffen Substanzen zu verstehen, die einen erwünschten prophylaktischen oder therapeutischen Effekt auf den menschlichen oder tierischen Körper haben. Diese Substanzen dienen also insbesondere der Prophylaxe oder Therapie von Mangelzuständen oder Krankheitsbildern. Erfindungsgemäß können beispielsweise Enzyme, Coenzyme, Mineralstoffe, Vitamine, Antibiotica, microbizid oder fungizid wirkende Stoffe, Nikotin, Coffein, Zink, Eukalyptus, Menthol, Codein, Phenacetin, Acetylsalicylsäure oder andere pharmazeutisch aktive Stoffe in die Komprimat eingeschlossen werden. Die pharmazeutisch aktiven Wirkstoffe sind in einer Menge vorzusehen, die den erwünschten pharmazeutischen Effekt bewirken. Die schonende Verarbeitbarkeit der Komprimat machen die erfindungsgemäßen Komprimat besonders geeignet, pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum zu verbringen.

Die Erfindung betrifft auch die mittels der vorgenannten Verfahren hergestellten Komprimat, insbesondere in Form von Lutsch-, Kau- oder Brause-tabletten.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung in Einzelheiten.

Die Figuren zeigen:

Figur 1 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST (Typ FE, nicht

agglomeriert), Isomalt ST (agglomeriert)
und Isomalt GS (agglomeriert),

Figur 2 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST und Isomalt GS und

Figur 3 Bruchkraftangaben zu Isomaltulose-haltigen Komprimaten.

Beispiel 1: Herstellung von Komprimaten

Isomalt ST (Standard, nahezu äquimolares Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS) wurde trocken bis zu einer $d_{90} = 50 \mu\text{m}$ in einer Sichtertermühle vermahlen. Ebenso wurde mit Isomalt GS (Zusammensetzung circa 76 % 1,6-GPS und 23 % 1,1-GPM) und Isomaltulose verfahren. Isomalt ST Typ FE (wie Isomalt ST, aber nicht agglomeriert; 60 bis 300 μm Partikelgröße) diente als Kontrolle.

Zur Herstellung der Agglomerate wurde ein Wirbelschichtagglomerator im Batch-Verfahren verwendet, und zwar der Agglomerator STREA 7 der Firma Aeromatic. Die Versuchschargen betrugen jeweils 10 kg. Dabei wurde das gemahlene Schüttgut im Wirbelschichtagglomerator vorgelegt und ein Wirbelbett bei circa 60°C aufgebaut. Beim Erreichen dieser Temperatur wurde eine circa 75°C heiße Bindemittel-lösung in das Wirbelbett eingespritzt, wobei entweder 3 Gew.-% Kollidon 30 oder 0,8 Gew.-% Gelatine (130 Bloom) und 0,5 Gew.-% Fett eingesetzt wurden. Der eingesetzte Sprühdruck betrug zwischen 2,0 und 4,5 bar, wobei ein Vordruck von 0,4 bis 0,8 bar eingesetzt wurde. Anschließend wurden die gebilde-

ten Agglomerate bei konstanter Zulufttemperatur von circa 80°C bis zu einer Ablufttemperatur von circa 60°C getrocknet, wobei die Produktabkühlung mit Außenluft erfolgt. Anschließend wurde mittels einer Taumelsiebmaschine mit einer Siebbelegung 0,8 mm bis 0,1 mm eine Größenfraktionierung durchgeführt. Dabei wurden Überkorn und Stäube abgetrennt. Agglomeratfraktionen mit einem Partikeldurchmesser von $\geq 0,1$ mm bis $\leq 0,8$ mm wurden dann weiterverwendet, um nach Zugabe von Aromen, Intensiv-Süßstoffen und Trennmitteln gemäß nachstehender Rezeptur die Komprimat zu pressen.

Rezeptur:

Isomalt, Isomalt-Variante (GS) oder

Isomaltulose-Agglomerat:	98,40 %
Mg-Stearat:	0,50 %
natürliches Citronenaroma	0,50 %
Citronensäure (Mono.)	0,30 %
Acesulfam-K	0,15 %
Aspartam	0,15 %

Alle Angaben in Gew.-%, bezogen auf Gesamttrockengewicht des Komprimats.

Die nachfolgende Tabelle zeigt chemischphysikalische Parameter der eingesetzten Komprimat-Mischungen auf.

Rezeptur	Wassergehalt	d05	d95	d ₅₀	n	Schüttdichte	Stampfdichte	Rieselzeit
	%	mm	mm	mm		g/cm ³	g/cm ³	s
Isomalt ST (K)	4,1	0,53	0,07	0,31	2,01	0,44	0,45	23,0
Isomalt ST (G-F)	3,9	0,53	0,06	0,3	1,88	0,51	0,52	24,7
Isomalt GS (K)	1,9	0,53	0,06	0,3	1,92	0,42	0,42	24,6
Isomalt GS (G-F)	1,4	0,7	0,09	0,4	1,94	0,53	0,54	18,9
Isomaltulose (K)	5,1	0,53	0,04	0,26	1,55	0,44	0,45	22,8

Tabelle (K: Kollidon 30; G-F: Gelatine-Fett)

Bestimmung der Rieselfähigkeit und der Rieselzeit nach DIN 53194 und DIN 53492

Art der Düse zur Bestimmung der Rieselfähigkeit:

10 mm Durchmesser

Bestimmung der Schütt- und Stampfdichtigkeit nach DIN 53194

Die vorgenannten Mischungen für die Komprimat-Versuche wurden im Pflugschermischer der Firma Lödige hergestellt. Die Mischzeit lag bei 1,5 min. Die Zudosierung der Einzelkomponenten erfolgte über eine Öffnung in der Deckelklappe des Mixers. Nach Beendigung des Mischvorganges wurden die Mischungen in PE-Säcken von je 5 kg abgefüllt und verschweißt.

Anschließend wurden mit den so erhaltenen Mischungen mittels einer FETTE PT 2090 Rundläuferpresse runde Tabletten mit einem Durchmesser von 18 mm und Facette, einer Steghöhe von 0,35 bis 0,37 mm und

einem Gewicht zwischen 850 mg bis 1000 mg hergestellt.

Beispiel 2: Bruchkraftvergleiche

Die Figur 1 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus agglomeriertem Isomalt ST (K und G-F) und agglomeriertem Isomalt GS (K und G-F). Als Vergleich ist auch ein Komprimat aus Isomalt ST Typ FE dargestellt, hergestellt aus einer Fraktion von Partikeln mit einem Partikeldurchmesser von 60 bis 300 μm . Die erfindungsgemäßen Komprimata wurden mit einer Preßkraft von nur 40 kN hergestellt, weisen jedoch eine extrem hohe Bruchkraft auf. (Die Abkürzungen in den Figuren bedeuten: K 30: Kollidon 30; GF: Gelatine-Fett).

Figur 2 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Isomalt ST und Isomalt GS, beide in agglomerierter Form. Es zeigt sich, daß sich zwischen diesen beiden Isomalt-Formen kein signifikanter Unterschied ergibt. Bei einer sensorischen Beurteilung wurde das Ablutschverhalten der GS-Variante als geringfügig besser beurteilt.

Die Figur 3 vergleicht auf der Basis von Isomaltulose (gleich Palatinose) hergestellte Komprimata. Dargestellt sind Preßkraft, Bruchkraft und Sensorik von Isomaltulose-Komprimaten, hergestellt aus einer Fraktion mit einer Partikelgröße von 100 μm und Kollidon 30. Die Verwendung einer Fraktion mit Partikeln eines Durchmessers $\leq 100 \mu\text{m}$, bevorzugt $\leq 50 \mu\text{m}$, insbesondere $\leq 30 \mu\text{m}$, ist bei Isomaltulose besonders wichtig, da Isomaltulose-Fractionen mit

Partikelgrößen $> 100 \mu\text{m}$ beim Komprimieren stark zu einer spürbar rauhen Oberfläche neigen.

Die vorstehenden Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäß vorgegebene Agglomeration dazu führt, daß deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik verwendet werden können, um Tabletten mit ausreichender Bruchkraft zu erhalten. Die Mischung mit den so hergestellten Agglomeraten führt zu einer verbesserten Fließfähigkeit und einem geringeren Staubanteil, was zu einer besseren Verarbeitbarkeit und zur Verringerung des Maschinenverschleisses sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung führt.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei

- a) die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen,
- b) gleichzeitig oder danach eine gemahlene Fraktion der Isomaltulose, des Isomalts oder der Isomalt-Variante mit einem Partikeldurchmesser von maximal 100 µm erhalten oder abgetrennt,
- c) die gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittel agglomeriert und
- d) anschließend zu einem Komprimat verpreßt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Partikeldurchmesser ≤ 50 µm beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Partikeldurchmesser ≤ 30 µm beträgt.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Vermahlung in einer Sichtertermühle oder in einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb erfolgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei beim Vermahlen Hilfs- oder Zusatzstoffe eingebracht werden.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel eine Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, Fett und Gelatine oder Kollidon ist.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel mittels Sprühen der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel über eine Düse der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Agglomeration in einem Wirbelschichtagglomerator satzweise oder in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage durchgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel in über Raumtemperatur liegender erhitzter Form der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei dem Agglomerat nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen Hilfsstoffe und/oder Aromen hinzugefügt werden.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen eine Größenfraktionierung des Agglomerats durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Größenfraktionierung des Agglomerats nach Anspruch 12 in einer Siebmaschine durchgeführt wird.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei im Anschluß an die Agglomeration das Agglomerat getrocknet wird.

15. Komprimat, herstellbar nach einem der vorhergehenden Ansprüche.

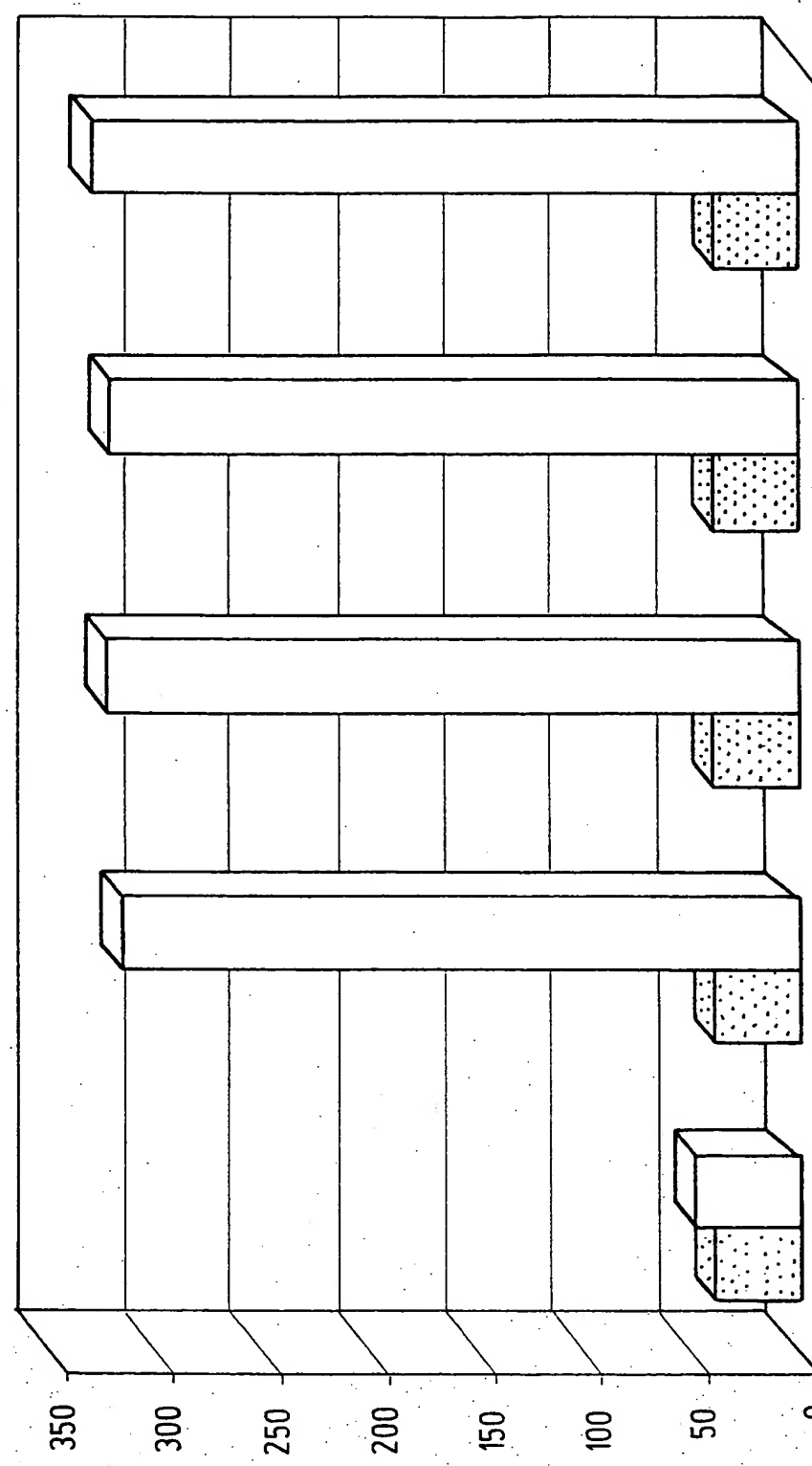
16. Agglomerat, herstellbar nach den Verfahrensschritten a) bis c) nach einem der Ansprüche 1 bis 14.

Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines verbesserten Komprimates, wobei eine Agglomeration der beteiligten Komponenten herbeigeführt wird. Die Erfindung betrifft auch ein mittels dieses Verfahrens hergestelltes Komprimat.

Fig.1

Bruchkraftvergleich



	Isomalt ST Typ FE	Isomalt ST G-F	Isomalt ST K30	Isomalt GS K 30	Isomalt GS G-F
Preßkraft N	40	40	40	40	40
Bruchkraft kN	49	317	324	323	332

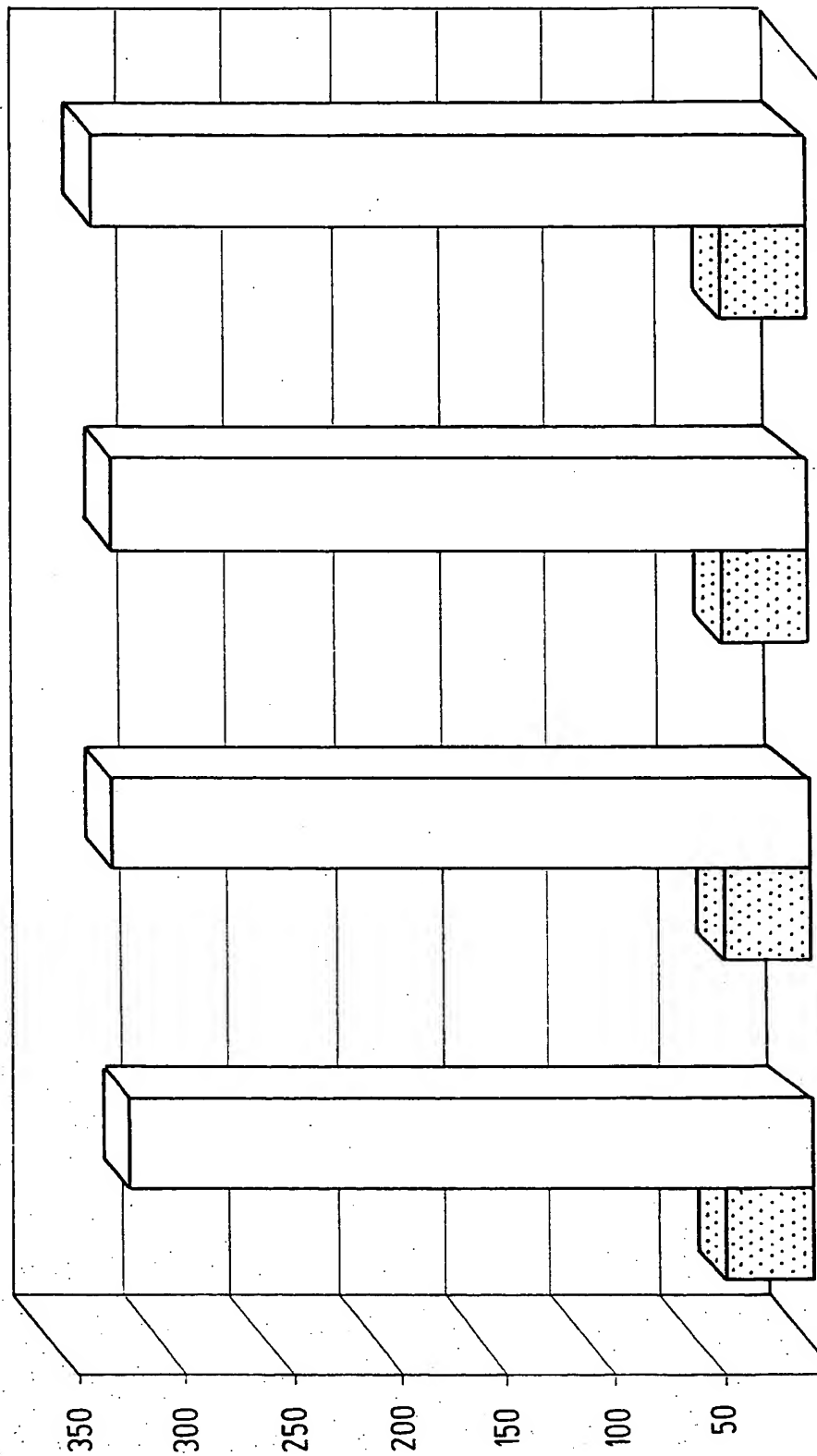
FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,
GARRETT & DUNNER, L.L.P.
1300 I Street, N.W.
Washington, D.C. 20005-3315
202-408-4000

INVENTORS: Theodor BAYERKÖHLER et al.
DOCKET NO: 05638.0017

Sheet 1 of 3

Bruchkraftvergleich

Fig.2



☒ Preßkraft N
☐ Bruchkraft kN

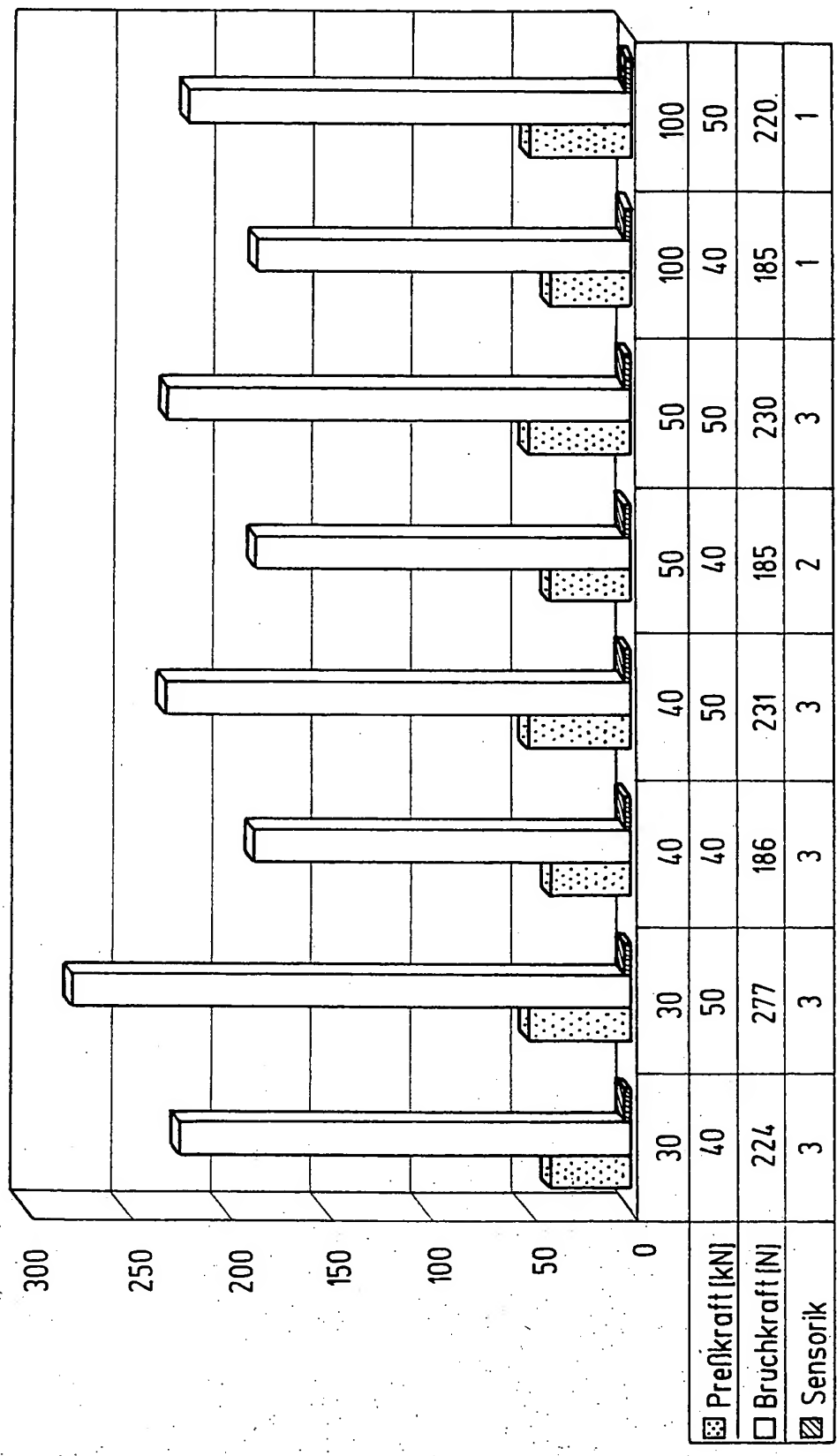
FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,
GARRETT & DUNNER, L.L.P.
1300 I Street, N.W.
Washington, D.C. 20005-3315
202-408-4000

INVENTORS: **Theodor BAYERKÖHLER et al.**
DOCKET NO: 05638.0017

Sheet 2 of 3

Palatinose (Preßkraft [kN], Bruchkraft [N],
Sensorik: 1=rauhe Oberfläche, 2=glatte Oberfläche und
3=sehr glatte Oberfläche

Fig.3





FINNEGAN, HENDERSON, FARABOW,
GARRETT & DUNNER, L.L.P.
1300 I Street, N.W.
Washington, D.C. 20005-3315
202-408-4000

INVENTORS: Theodor BAYERKÖHLER et al.
DOCKET NO: 05638.0017

Sheet 3 of 3

RTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 23580 WO	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 00/08832	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 09/09/2000	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 10/09/1999
Anmelder SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 2 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

☐ Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das

☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.

☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.

☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**

☐ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☒ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KOMPRIMATES AUS ISOMALTULOSE, ISOMALT ODER ISOMALT-VARIANTEN

5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. _____

☐ wie vom Anmelder vorgeschlagen

☐ weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.

☐ weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

☒ keine der Abb.

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 A61K47/08 A61K47/26

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 A61K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 98 37769 A (WARNER-LAMBERT) 3. September 1998 (1998-09-03) das ganze Dokument	1-16
A	US 5 709 895 A (SHIGERU TANAKA, ET AL.) 20. Januar 1998 (1998-01-20) das ganze Dokument	1-16



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

30. Januar 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

09/02/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Ventura Amat, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/08832

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9837769 A	03-09-1998	US 5958472 A	28-09-1999
		AU 5510398 A	18-09-1998
		BR 9714557 A	08-02-2000
		EP 0969731 A	12-01-2000
<hr/>			
US 5709895 A	20-01-1998	JP 8038093 A	13-02-1996
<hr/>			

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
22. März 2001 (22.03.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/19401 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: A61K 47/08,
47/26

Jörg [DE/DE]; Frankenstrasse 4, 67248 Bockenheim
(DE). KUNZ, Markwart [DE/DE]; Kernerstrasse 8,
67550 Worms (DE). RIFFEL, Peter [DE/DE]; Schu-
mannstrasse 16, 55130 Mainz (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/08832

(22) Internationales Anmeldedatum:
9. September 2000 (09.09.2000)

(74) Anwälte: SCHRELL, Andreas usw.; Maybachstrasse
6A, 70469 Stuttgart (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): AU, BR, CA, IL, JP,
MX, NZ, RU, US.

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 43 491.3 / 10. September 1999 (10.09.1999) DE

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE).

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT
MANNHEIM/OCHSENFURT [DE/DE]; Maximil-
ianstrasse 10, 68165 Mannheim (DE).

Veröffentlicht:

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist: Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen.

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BAYERKÖHLER,
Theodor [DE/DE]; Schopenhauerstrasse 4, 68165
Mannheim (DE). DÖRR, Tillmann [DE/DE]; Kirch-
strasse 3, 67591 Hohen-Sülzen (DE). KOWALCZYK,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.



WO 01/19401 A1

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING A TABLET MADE OF ISOMALTULOSE, ISOMALT OR ISOMALT VARIANTS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KOMPRIMATES AUS ISOMALTULOSE, ISOMALT ODER
ISOMALT-VARIANTEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing an improved tablet whereby said constituents are agglomerated. The
invention also relates to a tablet produced according to the above method.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines verbesserten Komprimates, wobei
eine Agglomeration der beteiligten Komponenten herbeigeführt wird. Die Erfindung betrifft auch ein mittels dieses Verfahrens her-
gestelltes Komprimat.

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KOMPRIMATES AUS ISOMALTULOSE, ISOMALT ODER ISOMALT-VARIANTEN

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt und Isomalt-Varianten sowie die mittels dieses Verfahrens hergestellten Komprimare.

Komprimare sind aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehende Genuß-, Arznei- oder auch Nahrungsmittel. Komprimare enthalten dementsprechend im allgemeinen ein Träger- oder Verdünnungsmittel, Bindemittel, Trenn- oder Gleitmittel sowie die aktiven Wirkstoffe, wie Geschmacksstoffe, Arzneistoffe oder Süßungsmittel. Als Träger- beziehungsweise Verdünnungsmittel wird häufig Saccharose, Lactose, Glucose, Stärke oder Mannit verwendet.

Die EP-B1 0 028 905 offenbart Isomaltulose enthaltende Tabletten und Verfahren zu deren Herstellung. Die Druckschrift offenbart eine vorteilhafte Verwendung von Isomaltulose als Verdünnungsmittel für die Komprimatherstellung, da Isomaltulose direkt ohne Bindemittel und ohne kontrollierte Granulierung verpreßt werden könne. Gemäß dieser Druckschrift wird direkt aus der enzymatischen Umwandlung von Saccharose zu Isomaltulose hergestellte kristallisierte Isomaltulose für die Tablettierung verwendet.

- 2 -

Die DE 196 39 343 C2 offenbart Isomalt und Isomalt-Varianten enthaltende Komprimate. Die Herstellung der Komprimate erfolgte durch einfaches Verpressen der Einzelkomponenten ohne eine spezielle mechanische und/oder chemische Behandlung der Einzelkomponenten vorzusehen.

Aus der EP-A1 0 625 578 gehen Isomalt-Varianten hervor, jedoch keine Komprimate, die diese Süßungsmittel enthalten.

Die im Stand der Technik bekannten Isomaltulose-, Isomalt- und Isomalt-Varianten-haltigen Komprimate zeichnen sich allesamt durch die Notwendigkeit aus, vergleichsweise hohe Preßdrücke bei der Komprimat-Herstellung einzusetzen, wobei vergleichsweise nur geringe Tablettenhärten erzielt werden können. Zudem sind die Komprimate des Standes der Technik hinsichtlich ihrer sensorischen Eigenschaften verbesserungsfähig, zeigen zum Beispiel Rauigkeit beim Zerbeißen sowie nachteiliges Bruchverhalten und ein verbesserungsfähiges Ablutschverhalten.

Das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht also darin, ein Verfahren zur Herstellung von Komprimaten aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten bereitzustellen, welches die vorgenannten Nachteile beseitigt, insbesondere unter Verwendung möglichst niedriger Preßdrücke Komprimate großer Härte herzustellen, die sich durch verbesserte sensorische Eigenschaften und ein verbessertes Bruchverhalten auszeichnen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei in einem ersten Verfahrensschritt die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen, in einem zweiten Verfahrensschritt gleichzeitig oder nach dem ersten Verfahrensschritt eine gemahlene Fraktion Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten mit einem Partikeldurchmesser d_{90} von maximal 100 μm (d_{90} = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) erhalten oder abgetrennt, in einem dritten Verfahrensschritt die abgetrennte gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und anschließend in einem vierten Verfahrensschritt das Agglomerat zu einem Komprimat verpreßt wird. Die Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Problem auch durch die Bereitstellung eines gemäß des vorliegenden Verfahrens hergestellten Komprimates und Agglomerats.

Die Erfindung sieht also vor, daß aus einem oder mehreren der Edukte Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Variante ein Komprimat hergestellt wird, indem eines oder mehrerer der Edukte trocken gemahlen wird, wobei entweder nach oder während des Mahlens eine Fraktion abgetrennt und gewonnen wird, deren Partikelgröße maximal 100 μm beträgt. Die erfindungsgemäße Einstellung der Primärkornverteilung erweist sich dabei als von großer Bedeutung. Das Vermahlen wird vorzugsweise in einer Sichtertermühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb durchgeföhrt. Die erhal-

- 4 -

tene Fraktion wird unter Zusatz eines flüssigen Bindemittels agglomeriert und kann anschließend nach Zugabe weiterer Komponenten, wie zum Beispiel Aromen, Preßhilfsmittel, und andere, direkt verpreßt werden. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens können preßfertige Mischungen hergestellt werden, die sich zu Komprimaten verarbeiten lassen, die zu einer vorteilhaften erheblichen Reduktion der Preßkraft führen und die daraus resultierenden Komprimatate gleichzeitig eine sehr gute Bruchkraft bei gleichzeitig verbesserten sensorischen Eigenschaften aufweisen. Die erfindungsgemäße Verfahrensweise ermöglicht es also, deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik zu verwenden, um ausreichend harte Tabletten zu erhalten. Die direkt verpreßbaren Mischungen zeigen eine verbesserte Fließfähigkeit und einen geringeren Staubanteil. Dieses führt zu einer besseren Verarbeitbarkeit und einer Verringerung des Maschinenverschleißes sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung.

Die Agglomerate zeichnen sich im allgemeinen durch eine gute Fließfähigkeit und gute selbstbindende Eigenschaften aus, die ein Verkleben an einer Presse weitgehend oder ganz unmöglich machen. Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Komprimat ein aus zusammengepreßten Bestandteilen bestehendes Genuß-, Arznei- oder Nahrungsmittel verstanden. Ein Komprimat im Sinne der vorliegenden Erfindung ist zum Beispiel eine Tablette. Komprimatate können Hilfs- und Zusatzstoffe, wie Schmiermittel, Binder, Verdünnungsmittel sowie Aromastoffe, Geschmacksstoffe, Trennmittel, Farbstoffe, Säuerungsmittel, Vitamine, Functional

Foods, Süßungsmittel und/oder Arzneistoffe enthalten.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter Isomalt ein auch unter dem Namen Palatinit® bekanntes nahezu äquimolares Gemisch der beiden Stereoisomere 6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) verstanden. Unter dem Begriff Isomalt-Varianten werden 1,6-GPS- und 1,1-GPM-haltige Gemische verstanden, die sich beispielsweise durch von Isomalt abweichende Mengenverhältnisse von 1,1-GPM zu 1,6-GPS auszeichnen und/oder weitere Zuckeralkohole wie 1,1-GPS (1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit) enthalten. Derartige Gemische gehen beispielsweise aus der EP-A1 0 625 578 hervor, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Zuckeralkoholgemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. Isomalt-Varianten können daher beispielsweise Gemische aus 10 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS, 2 bis 20 Gew.-% 1,1-GPS und 30 bis 70 Gew.-% 1,1-GPM oder Gemische aus 5 bis 10 Gew.-% 1,6-GPS, 30 bis 40 Gew.-% 1,1-GPS und 45 bis 60 Gew.-% 1,1-GPM darstellen. Gemäß des Vorstehenden können Isomalt-Varianten auch 1,6-GPS- oder 1,1-GPM-angereicherte Gemische darstellen, also Gemische, wie sie in der DE 195 32 396 C2 beschrieben sind, die hinsichtlich der quantitativen und qualitativen Zusammensetzung der dort beschriebenen Gemische und Verfahren zu deren Herstellung in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung mit einbezogen ist. 1,6-GPS angereicherte Gemische zeichnen sich

durch einen 1,6-GPS-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 43 bis 1 Gew.-% aus, während sich 1,1-GPM-haltige Gemische durch einen 1,6-GPS-Anteil von 1 bis 43 Gew.-% und einen 1,1-GPM-Anteil von 57 bis 99 Gew.-% auszeichnen. Selbstverständlich können die vorgenannten Isomalt-Varianten oder das Isomalt weitere Stoffe wie Mannit, Sorbit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide sowie gegebenenfalls Glucose, Fructose und/oder Saccharose, Trehalulose oder Isomaltose enthalten.

Die Erfindung sieht also vor, daß nach einem ersten Verfahrensschritt das Edukt, nämlich Isomaltulose, Isomalt oder/und die Isomalt-Variante trocken gemahlen wird. Dies kann in bevorzugter Ausführungsform der Erfindung in einer Sichtertermühle beziehungsweise Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter geschehen. Selbstverständlich sieht die Erfindung auch vor, die eingesetzten Edukte auf die erforderliche Partikelgröße mittels anderer Maßnahmen als Vermahlen zu bringen, beispielsweise durch Zerstampfen. Beim Vermahlen können bereits Hilfs- und Zusatzstoffe hinzugegeben werden, bevorzugt in einer Menge bis zu 30 Gew.-% (bezogen auf Gesamt-trockensubstanz).

Die Erfindung sieht in einem im wesentlichen gleichzeitig oder anschließend an das Vermahlen stattfindenden zweiten Verfahrensschritt vor, eine Fraktion abzutrennen und der Weiterverwendung durchzuführen, wobei die darin enthaltenen Partikel eine Maximalgröße von 100 µm, bevorzugt kleiner als 50 µm, insbesondere eine Maximalgröße von 40 µm,

bevorzugt 35 μm und besonders bevorzugt 30 μm aufweisen. Sofern nach dem ersten Verfahrensschritt, also dem Vermahlen, das eingesetzte Edukt bereits vollständig die erforderliche Partikelgröße d_{90} (d_{90} = 90 % der Partikel mit erforderlichem Durchmesser) aufweist, kann auf die Abtrennung verzichtet und die erhaltene Pulver direkt dem dritten Verfahrensschritt zugeführt werden. Das Vermahlen und Abtrennen kann selbstverständlich gleichzeitig, zum Beispiel in einer Sichtertermühle beziehungsweise einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Sieb, erfolgen.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem Partikeldurchmesser von maximal 100 μm , 40 μm , 35 μm oder 30 μm verstanden, daß mindestens 90 % der Partikel (d_{90}) der gemahlenen Fraktion einen Durchmesser von maximal 100 μm , 40 μm , 35 μm oder 30 μm aufweisen.

In einem dritten Verfahrensschritt wird erfindungsgemäß vorgesehen, der abgetrennten gemahlenen Fraktion ein flüssiges Bindemittel zuzusetzen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist dieses flüssige Bindemittel eine, insbesondere wässrige, Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, ein Gemisch aus Gelatine und Fett, ein wasserlösliches Kolloid, wie Polyvinylpyrrolidon (zum Beispiel Kollidon® der Firma BASF), Stärke, Zucker wie Saccharose, Dextrose, Lactose, natürliche oder synthetische Gummis wie Gummi arabicum, Cellulose, Talkum, mikrokristalline Cellulose, polymerisierte reduzierende Zucker, Pektin, Konservierungsmittel, Agar Agar, Säuerungsmittel.

tel, Inulin, Alkalicarboxymethylcellulose, HSH (hydrierte Stärkehydrolysate), Polydextrose in teilweise oder vollständig gereinigter und/oder in teilweise oder vollständig neutralisierter Form, Natriumcarboxymethylcellulose etc. Selbstverständlich sind auch andere Bindemittel einsetzbar, wobei es bevorzugt ist, physiologisch verträgliche und/oder nicht kariogene, brennwertreduzierte Bindemittel einzusetzen. In vorteilhafter Weise enthält das erfindungsgemäße Komprimat 0,5 bis 7 Gew.-% des Bindemittels beziehungsweise eine Kombination von Bindemitteln, vorzugsweise 2 bis 3 Gew.-%.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß das flüssige, also bevorzugt in Form einer wässrigen Lösung oder wässrigen Suspension vorliegende Bindemittel dem vermahlenden Edukt durch Sprühen über ein Düsensystem zugeführt wird.

Die Herstellung der sich nach dem Mischen des Edukts mit dem Bindemittel bildenden Agglomerate kann vorzugsweise in einem Wirbelschichtagglomerator, besonders bevorzugt in batchweiser Verfahrensdurchführung beziehungsweise in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage, durchgeführt werden. Dabei ist es erfindungsgemäß bevorzugt, ein Wirbelbett bei einer Temperatur von 50° bis 70°C, insbesondere 60°C aufzubauen und bei Erreichen der gewünschten Temperatur auf circa 70° bis 80°C, vorzugsweise 75°C, also über Raumtemperatur erhitzte Bindemittel-Lösung oder Bindemittel-Suspension in das Wirbelbett einzusprühen. Die Temperatur des Bindemit-

tels ist je nach eingesetztem Bindemittel so zu wählen, daß das Bindemittel sprühfähig ist, das heißt, daß die Temperatur bei oder über dem Schmelzpunkt des Bindemittels liegt. Im Anschluß an die Agglomeration kann in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung vorgesehen sein, eine Trocknung durchzuführen, die in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform bei konstanter Zulufttemperatur, zum Beispiel von 70° bis 90°C, besonders bevorzugt 80°C, durchgeführt wird. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann vorgesehen sein, die Trocknung bis zu einer Ablufttemperatur von 50° bis 70°C, vorzugsweise 60°C, durchzuführen, wobei die Produktabkühlung vorzugsweise mit Außenluft geschieht.

Die Erfindung betrifft selbstverständlich auch die wie vorstehend hergestellten Agglomerate selbst.

Die Erfindung sieht in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der vorliegenden Lehre vor, nach der Zugabe des Bindemittels und dem Agglomerieren, aber vor dem Verpressen des Agglomerats, eine Größenfraktionierung, insbesondere eine Abtrennung von Überkorn und Stäuben, der agglomerierten Produkte durchzuführen. Dabei kann vorzugsweise eine Siebmachine mit einer Siebbelegung von beispielsweise 0,8 mm bis 0,1 mm vorgesehen sein.

In einem vierten Verfahrensschritt ist erfindungsgemäß vorgesehen, das agglomerierte und gegebenenfalls nach der Agglomeration fraktionierte Produkt direkt zu verpressen. Dabei kann vorgesehen sein, den Agglomeraten Hilfs- oder Zusatzstoffe, wie

Trenn- oder Gleitmittel, Wirkstoffe etc., hinzuzufügen. Derartige Stoffe können Süßstoffe, Aromen, Geschmacks- und Farbstoffe, lebensmittelverträgliche Säuren, Sprengmittel, Monosaccharide, Disaccharide, Monosaccharidalkohole, Disaccharidalkohole, Stärke, Stärkederivate, Pektin, Polyvinylpyrrolidon, Cellulose, Cellulosederivate, Stearinsäure oder deren Salze oder Inulin, Oligofructose beziehungsweise andere Produkte, zum Beispiel Functional Foods, die entsprechend ausgelobt werden können, sein. Den Agglomeraten können auch Sorbit, Mannit, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide, Erythrit, Xylit oder Zucker, wie Saccharose, Glucose, Lactose, Fructose oder Xylose, zugefügt werden. In vorteilhafter Weise liegt der Anteil dieser Stoffe, bezogen auf das Gesamttrockengewicht, bei einer Menge von gleich oder weniger als 30 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 25, 20, 15, 10 oder 5 Gew.-%. Die genannten Hilfs- und Zusatzstoffe können selbstverständlich den Edukten auch schon beim Vermahlen zugefügt werden. Die vorstehend genannten Komponenten wie Hilfs- oder Zusatzstoffe, zum Beispiel Erythrit, können also in einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zusammen mit der Isomaltulose, dem Isomalt und/oder der Isomalt-Variante zusammen trocken gemahlen werden und anschließend erfindungsgemäß weiter behandelt werden. In einer anderen Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung können die vorgenannten Zusatz- oder Hilfsstoffe, wie Erythrit, in einem Lösungsmittel, zum Beispiel Wasser, gelöst und während des Agglomerierens der gemahlene Isomaltulose, des Isomalts und/oder der Isomalt-Variante in diese gemahlene Fraktion gesprüht werden, so daß das Einbringen der gelösten Zusatz- oder Hilfsstoffe während des Ag-

- 11 -

glomerationsprozesses geschieht. Schließlich kann in einer dritten Ausgestaltung der Erfindung vorgesehen sein, die genannten Zusatz- oder Hilfsstoffe zusammen mit der agglomerierten Fraktion zu mischen und zu einem Komprimat zu verpressen.

In besonders vorteilhafter Ausführungsform sind die erfindungsgemäß hergestellten Komprimatate zuckerfrei. Die Komprimatate oder Agglomerate können auch in einer Ausführungsform Xylit-frei sein. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die erfindungsgemäßen Komprimatate brennwertreduziert, Diabetiker-geeignet, Blutfett-reduzierend, bifidogen und/oder zahnfreundlich.

Den Agglomeraten oder Edukten können ferner Intensiv-Süßstoffe, wie Dipeptid-Süßstoffe, Saccharin, Acesulfam-K, Aspartam, Cyclamat, Glycyrrhizin, Tauramin, Saccharin, Stevioside, Neohesperidin-Dihydrochalkon und/oder Sucralose zugefügt werden.

In vorteilhafter Weise enthalten die erfindungsgemäßen Komprimatate zudem Geschmacks- oder Aromastoffe, wie Citronen- oder Pfefferminz-Aroma. Die erfindungsgemäßen Komprimatate können auch lebensmittelverträgliche Säuren, wie Ascorbinsäure oder Citronensäure, sowie als Gleitmittel Fettsäuren oder deren Salze, wie Magnesiumstearat oder Natriumstearat, enthalten. Schließlich kann vorgesehen sein, daß in den erfindungsgemäßen Komprimaten Farbstoffe und/oder Sprengmittel, wie Bicarbonat oder Carboxymethylcellulose, enthalten sind.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist vorgesehen, Komprimatate bereitzustellen, die pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum bringen und dort freisetzen können. Im Zusam-

- 12 -

menhang mit der vorliegenden Erfindung sind unter pharmazeutisch aktiven Wirkstoffen Substanzen zu verstehen, die einen erwünschten prophylaktischen oder therapeutischen Effekt auf den menschlichen oder tierischen Körper haben. Diese Substanzen dienen also insbesondere der Prophylaxe oder Therapie von Mangelzuständen oder Krankheitsbildern. Erfindungsgemäß können beispielsweise Enzyme, Coenzyme, Mineralstoffe, Vitamine, Antibiotica, microbizid oder fungizid wirkende Stoffe, Nikotin, Coffein, Zink, Eukalyptus, Menthol, Codein, Phenacetin, Acetylsalicylsäure oder andere pharmazeutisch aktive Stoffe in die Komprimatate eingeschlossen werden. Die pharmazeutisch aktiven Wirkstoffe sind in einer Menge vorzusehen, die den erwünschten pharmazeutischen Effekt bewirken. Die schonende Verarbeitbarkeit der Komprimatate machen die erfindungsgemäßen Komprimatate besonders geeignet, pharmazeutisch aktive Wirkstoffe in den Mund- und Rachenraum zu verbringen.

Die Erfindung betrifft auch die mittels der vorgenannten Verfahren hergestellten Komprimatate, insbesondere in Form von Lutsch-, Kau- oder Brause-tabletten.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung in Einzelheiten.

Die Figuren zeigen:

Figur 1 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST (Typ FE, nicht

- 13 -

agglomeriert), Isomalt ST (agglomeriert)
und Isomalt GS (agglomeriert),

Figur 2 einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus Isomalt ST und Isomalt GS und

Figur 3 Bruchkraftangaben zu Isomaltulose-haltigen Komprimaten.

Beispiel 1: Herstellung von Komprimaten

Isomalt ST (Standard, nahezu äquimolares Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS) wurde trocken bis zu einer $d_{90} = 50 \mu\text{m}$ in einer Sichtertermühle vermahlen. Ebenso wurde mit Isomalt GS (Zusammensetzung circa 76 % 1,6-GPS und 23 % 1,1-GPM) und Isomaltulose verfahren. Isomalt ST Typ FE (wie Isomalt ST, aber nicht agglomeriert; 60 bis 300 μm Partikelgröße) diente als Kontrolle.

Zur Herstellung der Agglomerate wurde ein Wirbelschichtagglomerator im Batch-Verfahren verwendet, und zwar der Agglomerator STREA 7 der Firma Aeromatic. Die Versuchschargen betrugen jeweils 10 kg. Dabei wurde das gemahlene Schüttgut im Wirbelschichtagglomerator vorgelegt und ein Wirbelbett bei circa 60°C aufgebaut. Beim Erreichen dieser Temperatur wurde eine circa 75°C heiße Bindemittel-lösung in das Wirbelbett eingespritzt, wobei entweder 3 Gew.-% Kollidon 30 oder 0,8 Gew.-% Gelatine (130 Bloom) und 0,5 Gew.-% Fett eingesetzt wurden. Der eingesetzte Sprühdruck betrug zwischen 2,0 und 4,5 bar, wobei ein Vordruck von 0,4 bis 0,8 bar eingesetzt wurde. Anschließend wurden die gebilde-

- 14 -

ten Agglomerate bei konstanter Zulufttemperatur von circa 80°C bis zu einer Ablufttemperatur von circa 60°C getrocknet, wobei die Produktabkühlung mit Außenluft erfolgt. Anschließend wurde mittels einer Taumelsiebmaschine mit einer Siebbelegung 0,8 mm bis 0,1 mm eine Größenfraktionierung durchgeführt. Dabei wurden Überkorn und Stäube abgetrennt. Agglomeratfraktionen mit einem Partikeldurchmesser von $\geq 0,1$ mm bis $\leq 0,8$ mm wurden dann weiterverwendet, um nach Zugabe von Aromen, Intensiv-Süßstoffen und Trennmitteln gemäß nachstehender Rezeptur die Komprimat zu pressen.

Rezeptur:

Isomalt, Isomalt-Variante (GS) oder

Isomaltulose-Agglomerat:	98,40 %
Mg-Stearat:	0,50 %
natürliches Citronenaroma	0,50 %
Citronensäure (Mono.)	0,30 %
Acesulfam-K	0,15 %
Aspartam	0,15 %

Alle Angaben in Gew.-%, bezogen auf Gesamttrockengewicht des Komprimats.

Die nachfolgende Tabelle zeigt chemischphysikalische Parameter der eingesetzten Komprimat-Mischungen auf.

- 15 -

Rezeptur	Wassergehalt	d ₀₅	d ₉₅	d ₅₀	n	Schüttdichte	Stampfdichte	Rieselzeit
	%	mm	mm	mm		g/cm ³	g/cm ³	s
Isomalt ST (K)	4,1	0,53	0,07	0,31	2,01	0,44	0,45	23,0
Isomalt ST (G-F)	3,9	0,53	0,06	0,3	1,88	0,51	0,52	24,7
Isomalt GS (K)	1,9	0,53	0,06	0,3	1,92	0,42	0,42	24,6
Isomalt GS (G-F)	1,4	0,7	0,09	0,4	1,94	0,53	0,54	18,9
Isomaltulose (K)	5,1	0,53	0,04	0,26	1,55	0,44	0,45	22,8

Tabelle (K: Kollidon 30; G-F: Gelatine-Fett)

Bestimmung der Rieselfähigkeit und der Rieselzeit
nach DIN 53194 und DIN 53492

Art der Düse zur Bestimmung der Rieselfähigkeit:
10 mm Durchmesser

Bestimmung der Schütt- und Stampfdichtigkeit nach
DIN 53194

Die vorgenannten Mischungen für die Komprimat-Versuche wurden im Pflugschermischer der Firma Lödige hergestellt. Die Mischzeit lag bei 1,5 min. Die Zudosierung der Einzelkomponenten erfolgte über eine Öffnung in der Deckelklappe des Mixers. Nach Beendigung des Mischvorganges wurden die Mischungen in PE-Säcken von je 5 kg abgefüllt und verschweißt.

Anschließend wurden mit den so erhaltenen Mischungen mittels einer FETTE PT 2090 Rundläuferpresse runde Tabletten mit einem Durchmesser von 18 mm und Facette, einer Steghöhe von 0,35 bis 0,37 mm und

- 16 -

einem Gewicht zwischen 850 mg bis 1000 mg hergestellt.

Beispiel 2: Bruchkraftvergleiche

Die Figur 1 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Komprimaten aus agglomeriertem Isomalt ST (K und G-F) und agglomeriertem Isomalt GS (K und G-F). Als Vergleich ist auch ein Komprimat aus Isomalt ST Typ FE dargestellt, hergestellt aus einer Fraktion von Partikeln mit einem Partikeldurchmesser von 60 bis 300 μm . Die erfindungsgemäßen Komprimatate wurden mit einer Preßkraft von nur 40 kN hergestellt, weisen jedoch eine extrem hohe Bruchkraft auf. (Die Abkürzungen in den Figuren bedeuten: K 30: Kollidon 30; GF: Gelatine-Fett).

Figur 2 zeigt einen Bruchkraftvergleich zwischen Isomalt ST und Isomalt GS, beide in agglomerierter Form. Es zeigt sich, daß sich zwischen diesen beiden Isomalt-Formen kein signifikanter Unterschied ergibt. Bei einer sensorischen Beurteilung wurde das Ablutschverhalten der GS-Variante als geringfügig besser beurteilt.

Die Figur 3 vergleicht auf der Basis von Isomaltulose (gleich Palatinose) hergestellte Komprimatate. Dargestellt sind Preßkraft, Bruchkraft und Sensorik von Isomaltulose-Komprimaten, hergestellt aus einer Fraktion mit einer Partikelgröße von 100 μm und Kollidon 30. Die Verwendung einer Fraktion mit Partikeln eines Durchmessers $\leq 100 \mu\text{m}$, bevorzugt $\leq 50 \mu\text{m}$, insbesondere $\leq 30 \mu\text{m}$, ist bei Isomaltulose besonders wichtig, da Isomaltulose-Fractionen mit

- 17 -

Partikelgrößen > 100 µm beim Komprimieren stark zu einer spürbar rauhen Oberfläche neigen.

Die vorstehenden Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäß vorgegebene Agglomeration dazu führt, daß deutlich niedrigere Preßkräfte als im Stand der Technik verwendet werden können, um Tabletten mit ausreichender Bruchkraft zu erhalten. Die Mischung mit den so hergestellten Agglomeraten führt zu einer verbesserten Fließfähigkeit und einem geringeren Staubanteil, was zu einer besseren Verarbeitbarkeit und zur Verringerung des Maschinenverschleisses sowie einer Erhöhung der Tablettierleistung führt.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Komprimates aus Isomaltulose, Isomalt oder Isomalt-Varianten, wobei
 - a) die Isomaltulose, das Isomalt und/oder die Isomalt-Variante trocken gemahlen,
 - b) gleichzeitig oder danach eine gemahlene Fraktion der Isomaltulose, des Isomalts oder der Isomalt-Variante mit einem Partikeldurchmesser von maximal 100 µm erhalten oder abgetrennt,
 - c) die gemahlene Fraktion unter Zusatz eines flüssigen Bindemittel agglomeriert und
 - d) anschließend zu einem Komprimat verpreßt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Partikeldurchmesser ≤ 50 µm beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Partikeldurchmesser ≤ 30 µm beträgt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Vermahlung in einer Sichtertermühle oder in einer Kombination von Mühle und nachgeschaltetem Siebter erfolgt.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei beim Vermahlen Hilfs- oder Zusatzstoffe eingebracht werden.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel eine Lösung oder Suspension von Isomalt, einer Isomalt-Variante, Fett und Gelatine oder Kollidon ist.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel mittels Sprühen der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel über eine Düse der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Agglomeration in einem Wirbelschichtagglomerator satzweise oder in einer kontinuierlich arbeitenden Anlage durchgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das flüssige Bindemittel in über Raumtemperatur liegender erhitzter Form der abgetrennten gemahlenen Fraktion zugeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei dem Agglomerat nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen Hilfsstoffe und/oder Aromen hinzugefügt werden.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Zugabe des flüssigen Bindemittels und vor dem Verpressen eine Größenfraktionierung des Agglomerats durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Größenfraktionierung des Agglomerats nach Anspruch 12 in einer Siebmaschine durchgeführt wird.

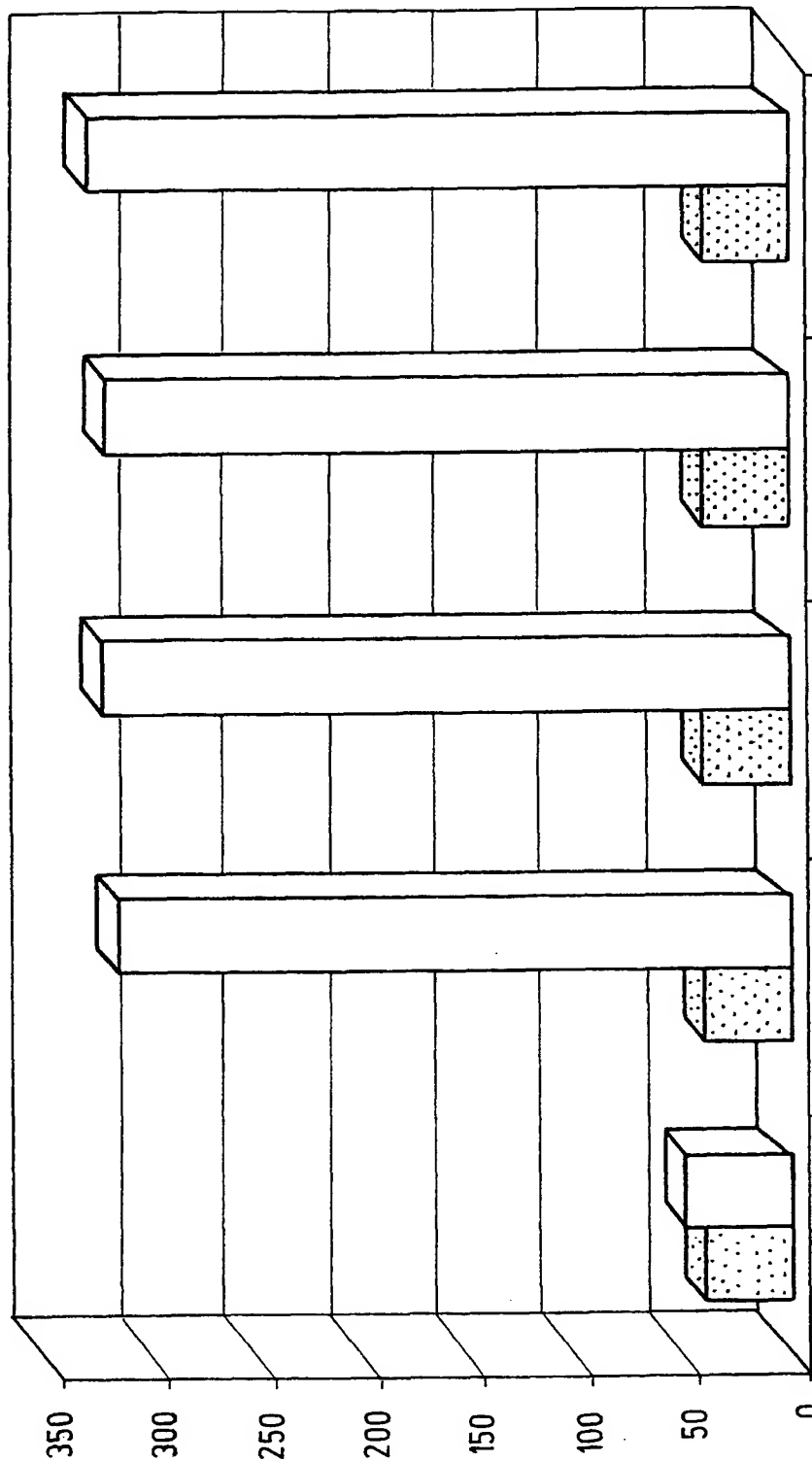
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei im Anschluß an die Agglomeration das Agglomerat getrocknet wird.

15. Komprimat, herstellbar nach einem der vorhergehenden Ansprüche.

16. Agglomerat, herstellbar nach den Verfahrensschritten a) bis c) nach einem der Ansprüche 1 bis 14.

Fig.1

Bruchkraftvergleich

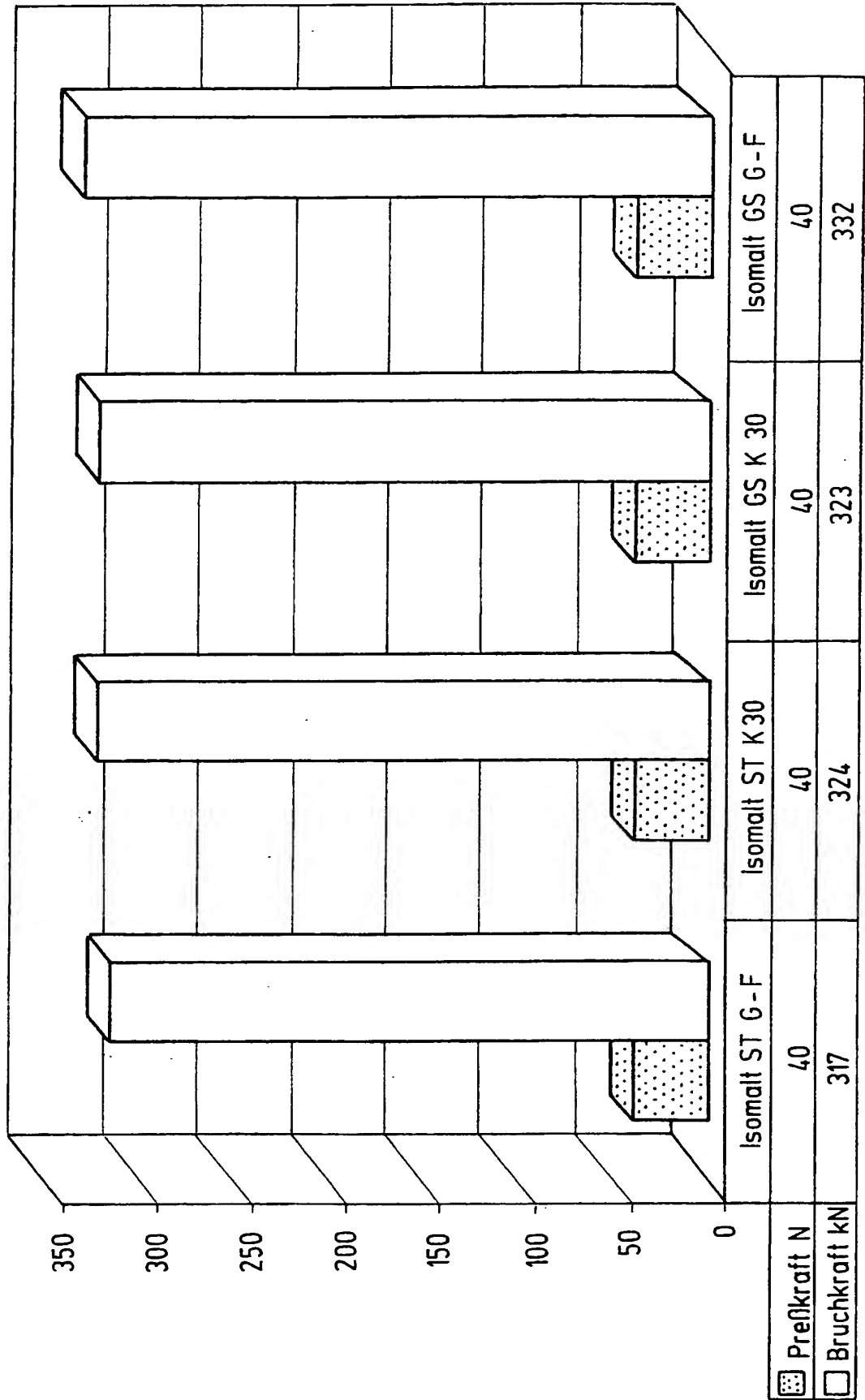


Isomalt ST Typ FE	Isomalt ST G-F	Isomalt ST K30	Isomalt GS K30	Isomalt GS G-F
40	40	40	40	40
49	317	324	323	332

Preßkraft N	Bruchkraft kN
40	49
40	317
40	324
40	323
40	332

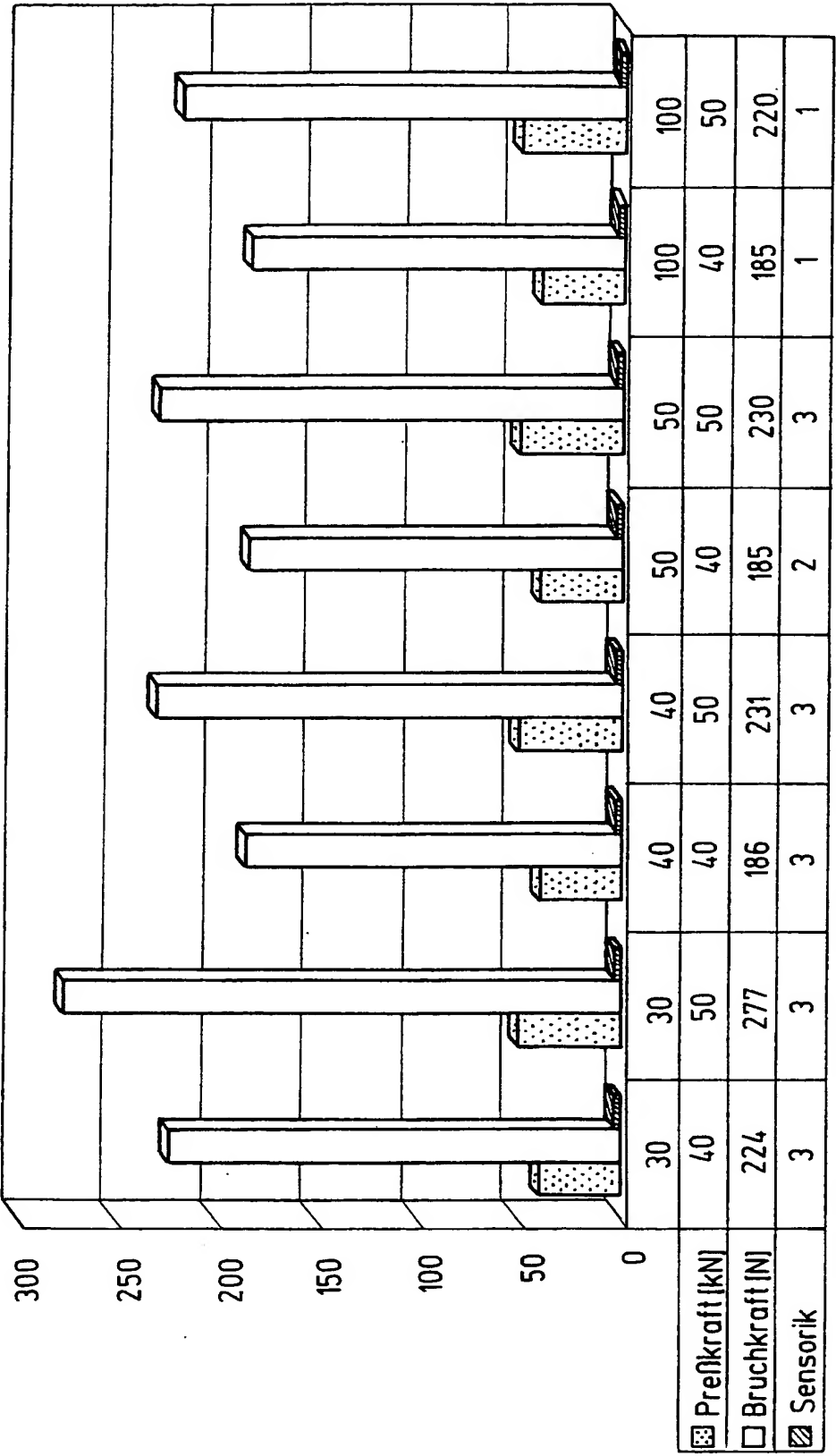
Fig.2

Bruchkraftvergleich



Palatinose (Preßkraft [kN], Bruchkraft [N]).
Sensorik: 1=rauhe Oberfläche, 2= glatte Oberfläche und
3=sehr glatte Oberfläche

Fig.3



A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 A61K47/08 A61K47/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 98 37769 A (WARNER-LAMBERT) 3 September 1998 (1998-09-03) the whole document ---	1-16
A	US 5 709 895 A (SHIGERU TANAKA, ET AL.) 20 January 1998 (1998-01-20) the whole document -----	1-16



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 January 2001

Date of mailing of the international search report

09/02/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ventura Amat, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

PCT/EP 00/08832

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9837769	A	03-09-1998	US 5958472 A	28-09-1999
			AU 5510398 A	18-09-1998
			BR 9714557 A	08-02-2000
			EP 0969731 A	12-01-2000
US 5709895	A	20-01-1998	JP 8038093 A	13-02-1996

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 A61K47/08 A61K47/26

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 A61K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 98 37769 A (WARNER-LAMBERT) 3. September 1998 (1998-09-03) das ganze Dokument	1-16
A	US 5 709 895 A (SHIGERU TANAKA, ET AL.) 20. Januar 1998 (1998-01-20) das ganze Dokument	1-16

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

30. Januar 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

09/02/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Ventura Amat, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/08832

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9837769 A	03-09-1998	US 5958472 A	28-09-1999
		AU 5510398 A	18-09-1998
		BR 9714557 A	08-02-2000
		EP 0969731 A	12-01-2000
<hr/>			
US 5709895 A	20-01-1998	JP 8038093 A	13-02-1996
<hr/>			



INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification ⁶ : A23G 3/00, 3/30, A23L 1/236	A1	(11) International Publication Number: WO 98/37769 (43) International Publication Date: 3 September 1998 (03.09.98)
(21) International Application Number: PCT/US97/21573 (22) International Filing Date: 24 November 1997 (24.11.97) (30) Priority Data: 08/806,969 26 February 1997 (26.02.97) US (71) Applicant: WARNER-LAMBERT COMPANY [US/US]; 201 Tabor Road, Morris Plains, NJ 07950 (US). (72) Inventors: ROBINSON, Mary, Katherine; 22 Indian Trail, Sparta, NJ 07871 (US). KRAMER, Colleen, Marie; 243 Gateway Road, Ridgewood, NJ 07450 (US). GLASS, Michael; 10-15 Ellis Avenue, Fair Lawn, NJ 07410 (US). (74) Agents: RYAN, M., Andrea; Warner-Lambert Company, 201 Tabor Road, Morris Plains, NJ 07950 (US) et al.		(81) Designated States: AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CZ, EE, GE, HU, ID, IL, IS, JP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, SL, TR, TT, UA, UZ, VN, YU, ARIPO patent (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Published <i>With international search report.</i>
(54) Title: CRUNCHY CHEWING GUM (57) Abstract A crunchy chewing gum product having a crunch similar to that provided by incorporating granulated sugar into a sugar-based gum product is prepared by introducing, into the interior of a gum formulation, a granulated isomalt additive.		

FOR THE PURPOSES OF INFORMATION ONLY

Codes used to identify States party to the PCT on the front pages of pamphlets publishing international applications under the PCT.

AL	Albania	ES	Spain	LS	Lesotho	SI	Slovenia
AM	Armenia	FI	Finland	LT	Lithuania	SK	Slovakia
AT	Austria	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Senegal
AU	Australia	GA	Gabon	LV	Latvia	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaijan	GB	United Kingdom	MC	Monaco	TD	Chad
BA	Bosnia and Herzegovina	GE	Georgia	MD	Republic of Moldova	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tajikistan
BE	Belgium	GN	Guinea	MK	The former Yugoslav Republic of Macedonia	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Greece	ML	Mali	TR	Turkey
BG	Bulgaria	HU	Hungary	MN	Mongolia	TT	Trinidad and Tobago
BJ	Benin	IE	Ireland	MR	Mauritania	UA	Ukraine
BR	Brazil	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Iceland	MX	Mexico	US	United States of America
CA	Canada	IT	Italy	NE	Niger	UZ	Uzbekistan
CF	Central African Republic	JP	Japan	NL	Netherlands	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norway	YU	Yugoslavia
CH	Switzerland	KG	Kyrgyzstan	NZ	New Zealand	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Democratic People's Republic of Korea	PL	Poland		
CM	Cameroon	KR	Republic of Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kazakstan	RO	Romania		
CU	Cuba	LC	Saint Lucia	RU	Russian Federation		
CZ	Czech Republic	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Germany	LK	Sri Lanka	SE	Sweden		
DK	Denmark	LR	Liberia	SG	Singapore		
EE	Estonia						

CRUNCHY CHEWING GUM

Technical Field

5 The present invention pertains to crunchy chewing gum wherein the crunch is provided by a granulated isomalt additive. More particularly, the present invention pertains to sugarless chewing gum exhibiting crunchiness.

10 Background Art

 The art of chewing gum manufacture is well established. Suitable gum formulations traditionally contain a substantial quantity of one or more water-insoluble
15 elastomers, either natural, synthetic, or both, flavorants, sweeteners and the like. More recently, sugarless gums containing synthetic, high intensity sweeteners encouraging low calorific content, and/or non-conventional di- and polysaccharides, particularly those which are non-cariogenic,
20 have become increasingly popular. Considerable research has been expended to formulate sugarless gums which retain sugared-based gum properties, such as texture, flavor retention and storage stability, among others.

25 Sugar-based gums with a crunch have recently become important commercially. Such gums contain crystals of sucrose, or granulated sugar, which provide the needed crunch. The crunch provided by granulated sugar is described as firm and slightly gritty in nature. An acceptable, yet
30 crunchy substitute, needs to be found for the manufacture of crunchy sugarless gums. In order to be commercially acceptable, it is preferred that the sugarless substitute have a long chew time before the crunchiness has substantially dissipated, and a prolonged storage time. In
35 this regard, crunch-providing gums having internally distributed crunch additives are not similar to gums having a hard outside coating, as the manufacturing and storage

problems are quite different. It is also preferred that the crunch provided by the sugarless substitute be similar to that provided by granulated sugar.

5 Polyols known as sugar alcohols are potential candidates for providing sugarless crunch. Examples are sorbitol, mannitol, maltose, xylitol, and the like. However, in addition to providing crunch, the particular polyol must be storage stable, i.e. the crunchiness must be retained
10 after a commercially acceptable storage time. Further, the flavors and softeners in the gum product should not soften the polyol and thus reduce the crunch, and the process for formation of the additive should be economically feasible.

15 It would be desirable to provide a sugarless additive which can be utilized to form a chewing gum product having a crunchy feel, in particular, a crunchy feel similar to that provided by granulated sugar, and which maintains this crunchy feel over an extended period of chew time. It
20 would be further desirable to provide a gum having a crunchy feel which maintains this characteristic under commercially desirable storage conditions.

25

Summary Of The Invention

The present invention concerns a chewing gum comprising:
(a) one or more elastomers, sweeteners and flavorants, and
30 (b) an amount of a granulated isomalt additive having a particle size greater than about 50 mesh such that said additive provides a crunch to said gum.

The invention also concerns the crunch additive, and
35 processes for the preparation of the crunch additive and chewing gums containing same.

Brief Description of the Preferred Embodiments

The present invention pertains to chewing gums containing crystalline isomalt as a crunch-providing additive. Crystalline, granulated isomalt prepared by heating isomalt or an isomalt solution to a temperature above 130°C followed by cooling and granulation, can be incorporated internally into gum formulations to provide crunch, in particular, a desirable crunch having texture and mouth feel similar to that provided by granulated sugar. The isomalt additive provides for a long lasting crunch and commercially acceptable storage time as compared to other crystalline polyols.

The crystalline isomalt must be employed in a size range which provides for a crunch while chewing. Isomalt crystals having a size greater than 50 mesh (.300 mm), preferably greater than 40 mesh (.425 mm), and more preferably in the range of 30 (.600 mm) to 40 mesh have been found suitable. The gum formulation may be for any type of gum, i.e. chewing gum or bubble gum, and may be provided in any of the traditional gum forms, i.e. sticks, blocks, hard coated pellets, and the like. In accordance with the present invention, the crunch additives are internal, i.e. the crunch is not derived from the coating surrounding hard-coated gum products.

The crunch additive consists substantially of isomalt, optionally containing flavoring agents, coloring agents, and less preferably containing most minor quantities of other polyols. The term "most minor" means less than 20 weight percent based on the weight of the crunch additive. Preferably, no more than 10 weight percent of the crunch additive comprises another polyol, and most preferably, the sole polyol is isomalt. The term "isomalt" as used herein includes these most minor quantity of other polyols unless the clear language indicates otherwise.

The crystalline isomalt is prepared from commercially available isomalt such as, for example, PALATINIT PF from Suddeutsche Zucker. The isomalt is heated to a relatively high temperature prior to being allowed to crystallize. The crystalline isomalt may alternatively be prepared from a solution of isomalt in water. Where solutions of isomalt are used, for ease of processing it is preferred to use concentrated solutions with a 70:30 ratio of isomalt: water being especially preferred. In either instance the isomalt is heated to a temperature above 130°C, preferably above 145°C, and most preferably to about 160°C, or higher. The resultant melt is poured into a pan and allowed to crystallize for a sufficient time at room temperature. A period of 18 hours has been found sufficient. However, shorter or longer times may be used as well. It is preferable to avoid supercooling the melts.

Any granulation method known to those skilled in the art can be used to granulate the material. A preferred method uses granulation equipment such as the "Crack-U-Lizer" model of Modern Process Equipment, Inc. The glassy material is first broken up by any suitable method, to a feed size, preferably in a hopper where it can then be fed to the granulator which has been pre-set for the predetermined particle size distribution. It is also contemplated to crystallize the isomalt by extrusion at relatively high temperature, for example as discussed in U.S. Patent No. 5,472,733. If extrusion is used, the use of isomalt solutions is less preferable.

Colorants, dyes and/or flavorants may be optionally added to the crunch additive. Flavorants are preferably added to the melted isomalt during the cooling phase preferably at a point where the melt has cooled to a temperature below the flash point of the flavorant. Such determinations are well within the skill of those skilled in

the gum arts. Colorants and dyes may also be added with the flavorant or may be mixed with the isomalt prior to heating.

Suitable particle sizes are attained through
5 conventional techniques. The particle size is larger than 50 mesh, preferably larger than 40 mesh, and more preferably in the range of 30-40 mesh. Smaller particle sizes than about 50 mesh will not provide a suitable crunchy feel for any length of time due to their small size, and may suffer from
10 plasticization by water or other gum components during storage. Larger particle sizes are also useful, however. It is understood that the particle sizes herein are those retained by a screen having the cited mesh size, and that the actual particle size will include some particles which are
15 smaller than the particular mesh size. Moreover, an additive of a given average particle size will be expected to have a somewhat smaller average particle size due to some reduction in size during the gum blending operation. Talc and other processing aids such as calcium carbonate may be added when
20 necessary, for example to minimize surface tack.

The gum formulation itself may be varied appropriately to suit the type of gum produced, i.e. chewing or bubble gum. Although the material provided is a sugarless
25 product, one could use the material in a sugar-based gum or in a gum containing both sugars and sugar alcohols as the bulking agents. For a sugarless gum formula, the gum is preferably anhydrous, although the gum formulation need not be anhydrous. Examples of suitable gum formulations may be
30 found in U.S. Patent Nos. 4,961,935; 4,514,422; 4,382,963; 4,579,738, and the like, which are incorporated herein by reference.

It is preferred to employ in a gum formulation
35 containing the sugarless crunch material, from 5 to 50% of gum base; from 2 to 10% softeners; from 0.5 to 5% flavoring; from 0-2% intense sweeteners; from 0 to 1% colorants; and

from 1 to 70% bulking agents, all percentages given in parts by weight.

For sugarless gums the bulking agent is a polyalcohol (polyol). The polyalcohol may comprise any conventional bulking polyalcohol, i.e. sorbitol, mannitol, xylitol, isomalt, erythritol, maltitol, etc., in finely granulated or powdered form. The crunchy chewing gum compositions may be used to provide a variety of chewing gum product formats, such as sticks, slabs, chunks, balls, ropes, tablets, and center filled and confectionery coated gum products.

The amount of crunch additive to be used in the finished chewing gum product depends on several factors including the particle size distribution obtained in preparing the crunch product and the effect desired. In general, less than 9% by weight would be unsuitable in providing sufficient crunch. While amounts greater than 16% would provide crunch such amount would only be useful for novelty effects since such amounts are excessive and may overwhelm the desired effect. A preferred range of additive would be from 10-15% by weight of the gum product.

The gum base employed in the present invention can vary depending upon factors such as the type of base desired, the consistency of gum desired and the other components used in the composition to make the final chewing gum product. The gum base may be any water-insoluble gum base known in the art, and includes those gum bases utilized for chewing gums and bubble gums. Illustrative examples of suitable polymers in gum bases include both natural and synthetic elastomers and rubbers. In this regard, polymers which are suitable as gum bases include, without limitation, elastomers of vegetable origin such as chicle, natural rubber, crown gum, nispero, rosidinha, jelutong, perillo, niger gutta, tunu, balata, guttapercha, lechi capsi, sorva, gutta kay, mixtures thereof, and the like. Synthetic elastomers such as

butadiene-styrene copolymers, polyisobutylene, isobutylene-isoprene copolymers, polyethylene, mixtures thereof, and the like, are also useful. Suitable gum bases may also include a non-toxic vinyl polymer, such as polyvinyl acetate and its partial hydrolysate, polyvinyl alcohol, and mixtures thereof.

When utilized, the molecular weight of the vinyl polymer may range from about 2,000 to about 94,000 Daltons (Da).

The amount of gum base employed will also vary depending upon factors such as the type of base used, the consistency of the gum desired and the other components used in the composition to make the final chewing gum product. In general, the gum base will be present in amounts from about 5% to about 50%, preferably in amounts from about 15% to about 40%, and more preferably in amounts from about 23% to about 35%, by weight of the final chewing gum composition.

The gum base may also include plasticizers or softeners such as lanolin, palmitic acid, oleic acid, stearic acid, sodium stearate, potassium stearate, glyceryl triacetate, glyceryl lecithin, glyceryl monostearate, propylene glycol monostearate, acetylated monoglyceride, glycerine, mixtures thereof, and the like. Waxes, for example, natural and synthetic waxes, hydrogenated vegetable oils, organic waxes such as polyurethane waxes, polyethylene waxes, paraffin waxes, microcrystalline waxes, fatty waxes, sorbitan monostearate, tallow, polypropylene glycol, mixtures thereof, and the like, may also be incorporated into the gum base. Such materials are incorporated into the gum base to provide a variety of desirable textures and consistency properties. Because of the low molecular weight of these ingredients, they are able to penetrate the fundamental structure of the gum base making it plastic and less viscous.

These additional materials are generally employed in amounts up to about 18%, preferably in amounts from about 5% to about 18%, and more preferably in amounts from about 10% to about 14%, by weight of the gum base.

In a preferred embodiment, the softening agent is glycerin, such as the commercially available United States Pharmacopeia (USP) grade. Glycerin is a syrupy liquid with a sweet warm taste and has a sweetness of about 60% of cane sugar.

The gum base may also include effective amounts of mineral adjuvants such as calcium carbonate, magnesium carbonate, alumina, aluminum hydroxide, aluminum silicate, talc, tricalcium phosphate, dicalcium phosphate and the like, as well as mixtures thereof. These mineral adjuvants may serve as fillers and textural agents. These fillers or adjuvants may be used in the gum base in various amounts. Preferably, the amount of filler, when used, will be present in an amount up to about 60%, by weight of the chewing gum base.

Effective amounts of a variety of traditional ingredients further may be included in the gum base, such as coloring agents, antioxidants, preservatives, and the like. For example, titanium dioxide and other dyes suitable for food, drug and cosmetic applications, known as F.D. & C. dyes, may be utilized. An anti-oxidant such as butylated hydroxytoluene (BHT), butylated hydroxyanisole (BHA), propyl gallate, and mixtures thereof, may also be included. Other conventional chewing gum additives known to one having ordinary skill in the chewing gum art may also be used in the chewing gum base.

The chewing gum composition containing the base may include effective amounts of conventional additives selected from the group consisting of non-sucrose sweetening agents (sweeteners), plasticizers, softeners, emulsifiers, waxes, fillers, bulking agents (carriers, extenders), mineral adjuvants, flavoring agents (flavors, flavorings), coloring agents (colorants, colorings), antioxidants, acidulants, thickeners, mixtures thereof, and the like. Some of these additives may serve more than one purpose. For example, in

sugarless gum compositions, a sweetener, such as sorbitol or other sugar alcohol or mixtures thereof, may also function as a bulking agent.

5 The plasticizers, softening agents, mineral
adjuvants, coloring agents, waxes and antioxidants discussed
above, as being suitable for use in the gum base, may also be
used in the gum composition. Examples of other conventional
additives which may be used include emulsifiers, such as
10 lecithin and glyceryl monostearate, thickeners, used alone or
in combination with other softeners, such as methyl
cellulose, alginates, carrageenan, xanthan gum, gelatin,
carob, tragacanth, locust bean, and carboxy methyl cellulose,
acidulants such as malic acid, adipic acid, citric acid,
15 tartaric acid, fumaric acid, and mixtures thereof, and
fillers, such as those discussed above under the category of
mineral adjuvants. The fillers, when used, may be utilized
in an amount up to about 60%, by weight of the gum
composition.

20

 The flavoring agents which may be used include
those flavors known to the skilled artisan, such as natural
and artificial flavors. These flavorings may be chosen from
synthetic flavor oils and flavoring aromatics and/or oils,
25 oleoresins and extracts derived from plants, leaves, flowers,
fruits, and so forth, and combinations thereof. Nonlimiting
representative flavor oils include spearmint oil, cinnamon
oil, oil of wintergreen (methyl salicylate), peppermint oil,
clove oil, bay oil, anise oil, eucalyptus oil, thyme oil,
30 cedar leaf oil, oil of nutmeg, allspice, oil of sage, mace,
oil of bitter almonds, and cassia oil. Also, useful
flavorings are artificial, natural and synthetic fruit
flavors such as vanilla, and citrus oils including lemon,
orange, lime, grapefruit, and fruit essences including apple,
35 pear, peach, grape, strawberry, raspberry, cherry, plum,
pineapple, apricot and so forth. These flavoring agents may
be used in liquid or solid form and may be used individually
or in admixture. Commonly used flavors include mints such as

peppermint, menthol, artificial vanilla, cinnamon derivatives, and various fruit flavors, whether employed individually or in admixture.

- 5 Other useful flavorings include aldehydes and esters such as cinnamyl acetate, cinnamaldehyde, citral diethylacetal, dihydrocarvyl acetate, eugenyl formate, p-methylamisol, and so forth may be used. Generally any flavoring or food additive such as those described in
- 10 *Chemicals Used in Food Processing*, publication 1274, pages 63-258, by the National Academy of Sciences, may be used.

 The flavoring agents of the present invention may be used in many distinct physical forms well known in the art

15 to provide an initial burst of flavor and/or a prolonged sensation of flavor. Without being limited thereto, such physical forms include free forms, such as spray dried, powdered, and beaded forms, and encapsulated forms, and mixtures thereof.

20

 The coloring agents useful in the present invention are used in amounts effective to produce the desired color. These coloring agents include pigments which may be incorporated in amounts up to about 6%, by weight of the gum

25 composition. A preferred pigment, titanium dioxide, may be incorporated in amounts up to about 2%, and preferably less than about 1%, by weight of the gum composition. The colorants may also include natural food colors and dyes suitable for food, drug and cosmetic applications. These

30 colorants are known as F.D.&C. dyes and lakes. The materials acceptable for the foregoing uses are preferably water-soluble. A full recitation of all F.D.&C. colorants and their corresponding chemical structures may be found in the

35 *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Edition*, in volume 5 at pages 857-885, which text is incorporated herein by reference.

The flavorants, colorants and dyes may likewise be optionally added to the crunch additive as previously described.

5 The apparatus useful in accordance with the present invention for manufacture of the chewing gum comprises mixing and heating apparatus well known in the chewing gum manufacturing arts, and therefore the selection of the specific apparatus will be apparent to the artisan. In
10 preparing a gum, a composition is made by admixing the gumbase composition with the crunch additive and the other ingredients of the final desired composition. Other ingredients will usually be incorporated into the composition as dictated by the nature of the desired composition as well
15 known by those having ordinary skill in the art. The ultimate chewing gum compositions are readily prepared using methods generally known in the food technology and pharmaceutical arts.

20 For example, a gum base is heated to a temperature sufficiently high to soften the base without adversely affecting the physical and chemical make up of the base. The optimal temperatures utilized may vary depending upon the composition of the gum base used, but such temperatures are
25 readily determined by those skilled in the art without undue experimentation. The gum base is conventionally melted at temperatures that range from about 60°C. to about 120°C. for a period of time sufficient to render the base molten. For example, the gum base may be heated under those conditions
30 for a period of about thirty minutes just prior to being admixed incrementally with the remaining ingredients of the gum such as plasticizers, softeners, bulking agents, sweeteners, and the crunch additive and/or fillers, coloring

agents and flavoring agents to plasticize the blend as well as to modulate the hardness, viscoelasticity and formability of the base. Mixing is continued until a uniform mixture of gum composition is obtained. Thereafter the gum composition mixture may be formed into desirable chewing gum shapes.

Confectionery coated chewing gum compositions incorporating the inventive sugarless crunchy chewing gum compositions are also within the scope of the invention.

Such confectionery coated compositions contain the inventive sugarless crunchy chewing gum composition as the center or core portion of the chewing gum product and a confectionery material as a coating over the center portion. The confectionery material may be either a sugar material or a sugarless material, and preferably is a sugarless confectionery material.

The confectionery coated chewing gum compositions may be prepared using standard techniques and equipment known to those skilled in the art. The apparatus useful in accordance with the present invention comprises mixing, heating, coating (dusting) and drying apparatus well known in the chewing gum manufacturing arts, and therefore the selection of the specific apparatus will be apparent to the artisan.

In such a method, a composition is made by admixing the inventive sugarless, substantially anhydrous chewing gum composition as set out above with the other ingredients of the desired core portion composition. The homogeneous mixture is then formed into portions which are then placed in a revolving coating pan. A confectionery coating syrup is prepared, heated if necessary, and then applied to the gum portions. The coated gum portions are then allowed to cool and dry. Various ingredients will usually be incorporated into the confectionery coating composition as dictated by the

nature of the desired composition as well known by those having ordinary skill in the art.

Having generally described this invention, a further understanding can be obtained by reference to certain specific examples which are provided herein for purposes of illustration only and are not intended to be limiting unless otherwise specified.

Examples

Example 1: Preparation of Isomalt Granulates

1a. An isomalt granulate was prepared by heating a 70:30 isomalt/water mixture to 160°C, pouring the melt into a metal tray and allowing it to stand and cool for 18 hours. The cooled and hardened crystalline product was crushed and sieved through a 20 mesh screen. Further size classification produced granulates in the 30 to 40 mesh range. A five-week, moisture pick-up comparative study of the 1a processed isomalt and unprocessed isomalt showed no loss of stability due to processing.

1b: An isomalt granulate was similarly prepared as in 1a using powdered isomalt. The isomalt was slowly heated to 160°C with melting, poured into metal trays, cooled, and sieved as in 1a.

Comparative Examples C1-C4: Preparation of Polyol Granulates

C1: A 70:30 mixture of xylitol and water was heated to 160°C and cooled as in Example 1a. Granulates were prepared as in Example 1a.

C2: Preparation of maltitol granulates from 10%, 5%, and 2.5% aqueous maltitol solutions was attempted, using the procedure of Example 1a. In all cases, crystal preparation proved difficult. Crystalline granulate having a

mesh size of 20 to 30 was finally prepared by heating 2.5% aqueous maltitol to 180°C followed by cooling for 24 hours.

C3, C4: Samples of sorbitol and mannitol were similarly mixed with water, heated to 160°C and cooled both independently and in admixture. No recrystallization was observed upon cooling and therefore no granulate having an acceptable particle size could be prepared.

10 Examples 2, 3, C5 and C6: Chewing Gum Preparation

A series of chewing gum samples were prepared by conventional methods employing the following gum formulation:

15 Formula I: Chewing Gum

	<u>Ingredients</u>	<u>Percentage %</u>
	Gum Base	26.0
	Softeners	6.5
20	Flavor(s)	1.5
	Intense Sweeteners	0.52
	Polyalcohols*	65.48

* Total Polyalcohol includes weight of granulated material.

25 The sugarless crunch was added with the intense sweeteners to the gum mixture containing partially mixed gum ingredients. The gum was mixed until completion of the full mixing cycle, removed from the gum kettle and rolled and
30 scored in the conventional manner. The gum samples were formulated using the granulates prepared in the prior examples as follows:

TABLE 1

	<u>Gum Example</u>	<u>Granulate Example</u>	<u>% Granulate</u>
5	2	1a	10
	3	1b	16
	C5	C1	10
	C6	C2	16

10

No formulations were prepared from sorbitol or mannitol (Example C3 and C4) since granulates could not be prepared from these polyols or their mixtures.

Comparative Tests

15

Chew studies of the granulate-containing gums were conducted by a panel of four experts in the gum arts. The studies were two-fold: (1) duration of crunch studied over time and (2) organoleptic effects.

20 The samples were stored at 37°C in a stability oven to provide an accelerated aging process over the 12 week study period. Chews were made at various intervals. Crunch results were measured by noting the time over which the crunch was maintained. Organoleptic evaluation was done on

25 sensory impressions.

Table 2 shows the comparative chew test results initially and after extended storage, the chew tests being taken at two-week intervals. The numbers indicate duration

30 in minutes and seconds.

TABLE 2

	<u>Example</u>	<u>Initial</u>	<u>Week 2</u>	<u>Week 4</u>	<u>Week 6</u>	<u>Week 8</u>	<u>Week 12</u>	2
35		2:30	2:20	1:55	1:35	1:00	0:45	
	3	1:51	1:51	1:51	1:51	1:20	1:00	
	C5	1:30	1:30	1:30	1:30	0:50	0:40	

Example C6, the gum containing the maltitol granulates, is not included in the table. C6 was evaluated as having good initial crunch but the granulates proved unstable within a gum formulation, the granulates having plasticized within one week of the test period.

Table 2 indicates that both xylitol (Example C5) and isomalt (Example 2) can provide crunch duration. With xylitol, however, the initial chew time before crunch disappears is lower than with isomalt. The Example 3 gum containing 16% amount of the isomalt crunch additive exhibited slightly less initial crunch duration as compared to the gum of Example 2, but provided extended stability of the crunch duration.

The gum products of Examples 2, 3 and C5 were concomitantly evaluated for organoleptic impressions (sensory impressions) during the crunch duration tests. The expert panel found that the Example 2 gum provided a crunch which was very similar to that of granulated sugar, firm and slightly gritty in nature, the desired texture and effect necessary for a "crunch" gum. The crunch remained consistent for 2+ minutes and gradually diminished during a 5 minute chew. Example 3 was evaluated as similar to Example 2 in effect. The crunch of the Example C5 gum was evaluated as softer by comparison. The granulates were found to have a tendency to melt in the mouth during chew, rather than crunch or pop, upon chewing. The panel concluded that while C5 provided a stable gum product it did not meet the necessary criteria (organoleptic requirements) for crunch in the gum's chew texture.

Having now fully described the invention, it will be apparent to one of ordinary skill in the art that many changes and modifications can be made thereto without departing from the spirit or scope of the invention as set forth herein.

What Is Claimed Is:

1. A chewing gum comprising: (a) one or more elastomers, sweeteners and flavorants, and (b) an amount of a granulated isomalt additive having a particle size greater than about 50 mesh such that said additive provides a crunch to said gum.

2. The gum of claim 1 wherein said gum is a sugarless gum.

3. The gum of claim 1 wherein said additive is prepared by heating isomalt at a temperature of 130°C or higher, cooling to form a solid isomalt product, and granulating said solid isomalt product to a particle size greater than 50 mesh.

4. The gum of claim 3 wherein said additive is prepared by dissolving isomalt in water to form a solution and heating said solution to a temperature in excess of 130°C prior to cooling.

5. The gum of claim 3 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 145°C.

6. The gum of claim 5 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 160°C

7. The gum of claim 1 wherein said isomalt contains one or more flavoring agents.

8. The gum of claim 1 wherein said isomalt contains one or more dyes or colorants.

9. The gum of claim 1 wherein said granulated additive has a particle size greater than 40 mesh.

10. The gum of claim 9 wherein said granulated additive has a particle size range of 30 mesh to 40 mesh.

11. The gum of claim 1 wherein said amount of said additive is from about 9% to about 16% by weight of said gum.

12. The gum of claim 11 wherein said amount is from 10% to 15% by weight.

13. A process for the preparation of a chewing gum product, said process comprising:

a) preparing a granulated isomalt additive by granulating solid isomalt to a particle size greater than 50 mesh, and,

b) blending a crunch-producing effective amount of said additive within said chewing gum product.

14. The process of claim 13 which further comprises heating isomalt at a temperature of 130°C or higher and cooling to form said solid isomalt product.

15. The process of claim 14, which further comprises dissolving isomalt in water to form a solution and heating said solution to above 130°C prior to cooling.

16. The process of claim 14 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 145°C.

17. The process of claim 16 wherein said temperature is above 160°C.

18. The process of claim 13 wherein said additive contains one or more adjuvants selected from flavorants and colorants.

19. The process of claim 13 which further comprises screening said granulate to a particle size less than 40 mesh prior to said blending step.

5 20. The process of claim 19 wherein said granulate is screened to a particle size between about 30 mesh and 40 mesh.

10 21. The process of claim 13 wherein said amount of said additive is from about 9% to about 16% by weight of said gum.

15 22. The process of claim 21 wherein said amount of said additive is from 10% to 15% by weight.

20 23. A granulated isomalt additive for providing crunch to a chewing gum, said isomalt additive prepared by a process wherein isomalt is heated at a temperature of above 130°C, cooled to form a solid isomalt product and granulated to a particle size greater than 50 mesh.

 24. The additive of claim 23 wherein said chewing gum is a sugarless gum.

25 25. The additive of claim 23 wherein said process further comprises dissolving isomalt in water to form a solution and heating said solution to above 130°C prior to cooling.

30 26. The additive of claim 23 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 145°C.

 27. The additive of claim 26 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 160°C.

35 28. The additive of claim 23 wherein said isomalt contains one or more flavoring agents.

29. The additive of claim 23 wherein said isomalt contains one or more dyes or colorants.

5 30. The additive of claim 23 wherein said granulated additive has a particle size greater than 40 mesh.

10 31. The additive of claim 30 wherein said granulated additive has a particle size range of 30 mesh to 40 mesh.

32. A process for the preparation of a granulated isomalt additive for providing crunch to a chewing gum, said process comprising:

- 15 a) heating isomalt at a temperature of 130°C or higher;
- b) cooling to form a solid;
- c) granulating said solid to a particle size greater than 50 mesh.

20 33. The process of claim 32 wherein said chewing gum is a sugarless gum.

25 34. The process of claim 32 which further comprises dissolving isomalt in water to form a solution and heating said solution to above 130°C prior to cooling.

35 35. The process of claim 32 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 145°C.

30 36. The process of claim 35 wherein said isomalt is heated to a temperature of above 160°C.

37. The process of claim 32 wherein said isomalt contains one or more flavoring agents.

35 38. The process of claim 32 wherein said isomalt contains one or more dyes or colorants.

39. The process of claim 32 wherein said granulated additive has a particle size greater than 40 mesh.

5 40. The process of claim 39 wherein said granulated additive has a particle size range of 30 mesh to 40 mesh.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interr. Application No

PCT/US 97/21573

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 A23G3/00 A23G3/30 A23L1/236		
According to International Patent Classification(IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 A23G A23L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 08 038 093 A (TAKASAGO) 13 February 1996 see the whole document	1-40
E	& US 5 709 895 A (TAKASAGO) 20 January 1998 see column 2 - column 5 see examples see claims	1-40
X	--- EP 0 458 750 A (WARNER LAMBERT CO) 27 November 1991 see abstract see page 3, line 10 - line 23 see page 3, line 45 - line 54 see page 4, line 3 - line 23 see page 8 see claims ---	1,2, 9-13, 19-22
-/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
30 March 1998	06/04/1998	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Boddaert, P	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern al Application No

PCT/US 97/21573

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 980 189 A (KEME THOMAS ET AL) 25 December 1990	23,24, 30-33, 39,40
A	see abstract see column 2, line 65 - column 3, line 44 see column 4, line 58 - line 68 see claims ---	25-29, 34-38
P,A	WO 97 16078 A (GIVAUDAN ROURE INT ;MENZI HEINI (CH); PERREN MATTHIAS (CH); RINGGE) 9 May 1997 see the whole document ---	1-40
A	US 4 744 991 A (SERPELLONI MICHEL) 17 May 1988 see abstract see column 1 - column 2 see claims ---	1,2, 7-13, 18-23, 28-31, 37-40
A	US 5 478 593 A (SERPELLONI MICHEL ET AL) 26 December 1995 ---	
A	WO 92 02149 A (WARNER LAMBERT CO) 20 February 1992 -----	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern. Application No

PCT/US 97/21573

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 8038093 A	13-02-96	US 5709895 A	20-01-98
EP 0458750 A	27-11-91	US 5043169 A	27-08-91
		JP 4271762 A	28-09-92
US 4980189 A	25-12-90	DE 3739999 A	06-07-89
		EP 0317917 A	31-05-89
		JP 1196260 A	08-08-89
WO 9716078 A	09-05-97	NONE	
US 4744991 A	17-05-88	FR 2575038 A	27-06-86
		CA 1278213 A	27-12-90
		DK 597385 A	22-06-86
		EP 0192007 A	27-08-86
		JP 6083637 B	26-10-94
		JP 61181341 A	14-08-86
US 5478593 A	26-12-95	FR 2705207 A	25-11-94
		AU 1241997 A	20-03-97
		AU 677304 B	17-04-97
		AU 6311094 A	24-11-94
		CA 2123651 A	18-11-94
		EP 0625311 A	23-11-94
		FI 942267 A	18-11-94
		JP 7132051 A	23-05-95
		NO 941836 A	18-11-94
		US 5571547 A	05-11-96
WO 9202149 A	20-02-92	AU 8312891 A	02-03-92
		CN 1058515 A	12-02-92